

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ENGENHARIA AGRÍCOLA

DETERMINAÇÃO DA VIABILIDADE DE *BACILLUS THURINGIENSIS*
APÓS PROCESSOS DE SECAGEM

POR

REGINA DE OLIVEIRA MORAES

Parecer

Este exemplar corresponde a redação final da dissertação de Mestrado defendida por Regina de Oliveira Moraes e aprovada pela Comissão Julgadora em 23 de novembro de 1993. Campinas, 12 de abril de 1994.

Orientador:
Prof. Dr. KIL JIN PARK

Presidente da Banca

Dissertação apresentada em cumprimento parcial dos requisitos para obtenção do título de Mestre em Engenharia Agrícola: Área de Concentração: Pré-Processamento de Produtos Agropecuários.

Campinas-SP

novembro-1993

Aos meus pais, Edézio e Iracema

e ao Renato,

com muito carinho

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Kil Jil Park pelas sugestões, estímulos, amizade e respeito com que sempre me tratou.

À Dra. Deise Maria Fontana Capalbo pelo companherismo e acompanhamento efetivo no desenvolvimento deste trabalho.

À minha mãe, Prof. Dra. Iracema de Oliveira Moraes pelo estímulo, contribuições, força e sua inabalável confiança neste trabalho.

Ao meu pai, Edézio, pela dedicação, apoio e idéias fundamentais para a otimização da fase experimental da tese.

À Rosana e seu violão, Manão e Rodrigo pela ajuda e companhia nas longas noites de experimento, tornando-as até gostosas!

À Faculdade de Engenharia Agrícola através de seus docentes e funcionários pela oportunidade de realização desta pesquisa.

À EMBRAPA/CNPMA por permitir a utilização de suas instalações.

Às Instituições de fomento: CNPq, FAPESP, FAEP/UNICAMP pelo inestimável apoio financeiro.

Ao pessoal do LABIN e da Pós-graduação pela amizade, e pelo ambiente gostoso de trabalho.

Aos técnicos Dagoberto Favoretto Junior e Carla Mazom Soares pela colaboração efetiva na fase experimental.

Ao Fernando Brod e Denis Lozano pela colaboração na construção do equipamento.

Ao Ednaldo Carvalho Guimarães pela ajuda na análise estatística.

À Vania Sant'ana Furlam, Rosangela Gomes e Ana Paula Montagner pelo suporte administrativo, e demais pessoas que direta ou indiretamente contribuíram para a realização deste trabalho.

RESUMO

Bacillus thuringiensis (Bt), uma bactéria utilizada em controle biológico de lepidópteros, é produzida através de fermentação submersa ou semi-sólida . Após a fermentação um dos maiores problemas encontrados é a recuperação desse material. Neste trabalho foi estudada a secagem do material fermentado após centrifugação. A pasta foi pré-formulada usando 97% de argila como inerte e 3% de princípio ativo (Bt). A secagem foi feita usando diferentes tipos de secadores, nos quais se estabeleceram os parâmetros de interesse. A comparação entre os processos foi feita através da avaliação da manutenção da atividade microbiana de *Bacillus thuringiensis* . A secagem realizada em secador convencional a 90 °C apresentou um valor D de 5,86 h. A secagem realizada em atomizador a 120, 150 e 180 °C apresentou respectivamente 9,49 s, 5,88 s e 3,43 s de valor D, e valor z de 135,16°C. A viabilidade relativa foi mantida a 50°C e 70°C e sofreu redução a 90 °C em secador convencional. No atomizador a viabilidade relativa decresceu com elevação da temperatura de 120 °C a 180°C.

ABSTRACT

Bacillus thuringiensis (Bt), a bacteria used in biological control of insect pests is produced by submerged or semi solid fermentation. Downstream problems are very important after fermentation is finished. In this work it was studied the drying of fermented broth, after centrifugation. Three per cent of Bt was mixed with 97% clay, and used as a pre formulated material to be dried. Drying was realized both in conventional and spray dryers. Conventional dryer at 90 °C presented D value of 5.86 h and spray dryer presented D values of 9.49 s; 5.88 s; 3.43 s, at 120 °C 150 °C e 180 °C respectively. The z value in spray dryer was 135.16 °C. Microbial relative viability was maintained at 50 °C and 70 °C but was reduced at 90 °C in conventional dryer. In spray dryer the microbial relative viability decreased when the temperature increase from 120 °C to 180 °C.

SUMÁRIO

Página

PÁGINA DE ROSTO	i
SUMÁRIO	ii
LISTA DE FIGURAS	vii
LISTA DE TABELAS	ix
NOMENCLATURA	xi
RESUMO	xiii
1. INTRODUÇÃO	1
2. OBJETIVOS	3
2.1. Objetivo Geral	3
2.2. Objetivos Específicos	4

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	5
3.1. <i>Bacillus thuringiensis</i>	5
3.1.1. Histórico	5
3.1.2. Importância	6
3.1.3. Produção Industrial	7
3.2. Recuperação do Produto	8
3.3. Secagem de Material Biológico	9
3.4. Resistência Térmica de Bactérias	11
3.4.1. Fatores que Influenciam a Resistência	
Térmica das Bactérias	12
3.4.2. Resistência Térmica de <i>Bacillus</i> e em especial <i>B.</i>	
<i>thuringiensis</i>	12
3.5. Tipos de Secadores	14
3.5.1. Secador de leito estático	15
3.5.2. Atomizador	16
3.5.3. Liofilizador	16
3.6. Penetração de calor	17
3.7. Difusividade térmica	18
4. MATERIAL E MÉTODOS	19
4.1. Material	19
4.1.1. Microrganismo	19
4.1.2. Equipamentos	19

4.1.2.1. Secagem por atomização	19
4.1.2.2. Secagem convencional	20
4.1.2.3. Liofilizador	22
4.1.3. Inerte	22
4.1.4. Outros equipamentos	22
4.1.5. Reagentes	24
4.2 Métodos	25
4.2.1. Produção de <i>Bacillus thuringiensis</i>	25
4.2.1.1. Pré-fermentação	25
4.2.1.2. Fermentação	26
4.2.2. Centrifugação	27
4.2.3. Preparo da material	28
4.2.3.1. Preparo do material para secagem em atomizador	28
4.2.3.2. Preparo do material para secagem convencional	29
4.2.3.3. Preparo do material para liofilização	30
4.2.4. Secagem	30
4.2.4.1. Secagem em atomizador	30
4.2.4.2. Secagem convencional	31
4.2.4.3. Secagem por liofilização	33
4.2.4. Análise de viabilidade	33
5. RESULTADOS E DISCUSSÕES	35
5.1. Atomizador	35

5.1.1. Resultados das secagens	35
5.1.2. Análise estatística	36
5.1.3. Análises termobacteriológicas	37
5.1.3.1. Cálculo de D	37
5.1.3.2. Cálculo de z	39
5.2. Secagem convencional	40
5.2.1. Resultados das secagens	40
5.2.2. Análise estatística	42
5.2.3. Análises termobacteriológicas	46
5.2.3.1. Cálculo de D	46
5.2.3.1.1. Cálculo de D a 50 °C	46
5.2.3.1.2. Cálculo de D a 70 °C	48
5.2.3.1.3. Cálculo de D a 90 °C	48
5.2.3.2. Cálculo de z	49
5.2.4. Curvas de secagem	49
5.2.4.1. Cálculo de h	50
5.2.4.2. Cálculo de j e f	53
5.2.5. Penetração de calor e viabilidade de esporos durante a secagem	56
5.2.6. Cálculo da difusividade efetiva	57
5.3. Liofilizador	60
5.4. Comentários adicionais	61

6. CONCLUSÕES	62
7. ANEXOS	64
7.1. Anexo 1. Resultados da secagem em atomizador	64
7.2. Anexo 2. Resultados da secagem convencional	70
7.3. Anexo 3. Curvas de $f^* \alpha / r^2$ versus N_{Bi}	88
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	89
9. ABSTRACT	93
10. AGRADECIMENTOS	94

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Esquema do atomizador	20
Figura 2.	Esquema do secador convencional	21
Figura 3.	Amostrador	21
Figura 4.	Sistema de alimentação do atomizador	32
Figura 5.	Viabilidade comparativa, em secador do tipo atomizador	38
Figura 6.	Curva de sobreviventes, após secagem em atomizador à temperatura de 120 °C	39
Figura 7.	Curva de sobreviventes, após secagem em atomizador à temperatura de 150 °C	40
Figura 8.	Curva de sobreviventes, após secagem em atomizador à temperatura de 180 °C	41
Figura 9.	Curva fantasma de morte térmica, para secagem em atomizador, nas temperaturas de 120, 150 e 180 °C	42

Figura 10.	Viabilidade comparativa após secagem convencional a 50, 70 e 90 °C	42
Figura 11.	Curva de sobreviventes a 50 °C em secador convencional	47
Figura 12.	Curva de sobreviventes a 70 °C em secador convencional	47
Figura 13.	Curva de sobreviventes a 90 °C em secador convencional	48
Figura 14.	Curva de umidade do produto durante secagem convencional a 50 °C:	49
Figura 15.	Curva de umidade do produto durante secagem convencional a 70 °C.	50
Figura 16.	Curva de umidade do produto durante secagem convencional a 90 °C.	50
Figura 17.	Curvas de penetração de calor em secagem convencional às temperaturas de 50, 70 e 90 °C	57
Figura 18.	Penetração de calor e log do número de colônias de esporos viáveis durante secagem a 50 °C	58
Figura 19.	Penetração de calor e log do número de colônias de esporos viáveis durante secagem a 70 °C	59
Figura 20.	Penetração de calor e log do número de colônias de esporos viáveis durante secagem a 90 °C	60

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Resistência térmica do <i>Bacillus cereus</i>	14
Tabela 2.	Resultados da secagem por atomizador	36
Tabela 3.	Teste de Tukey para médias de temperaturas em atomizador	37
Tabela 4.	Valores médios de D para atomizador	38
Tabela 5.	Resultados da secagem convencional	41
Tabela 6.	Análise de variância	43
Tabela 7.	Teste de Tukey para médias de tempo à temperatura de 50 °C	44
Tabela 8.	Teste de Tukey para médias de tempo à temperatura de 70 °C	44
Tabela 9.	Teste de Tukey para médias de tempo à temperatura de 90 °C	45
Tabela 10.	Propriedades do ar seco (à pressão de 1 atm), nas temperaturas de 50, 70 e 90 °C.	52

Tabela 11.	Valores de X e h.	52
Tabela 12.	Propriedades da água e da argila em diferentes temperaturas.	53
Tabela 13.	Valores de j e f, em cada tempo de secagem à temperaturas de 50 °C	54
Tabela 14.	Valores de j e f, em cada tempo de secagem à temperaturas de 70 °C	54
Tabela 15.	Valores de j e f, em cada tempo de secagem à temperaturas de 90 °C	55
Tabela 16.	Perfil de temperaturas em secagem convencional	56

NOMENCLATURA

C_p	calor específico (Kcal/Kg*°C)
D	índice de redução decimal (s)
f	tempo requerido para que a temperatura seja alterada em 90% (s)
g	aceleração da gravidade (m/s ²)
h	coeficiente de transferência de calor (Kcal/h*m ² *°C)
j	fator de atraso (s)
k	condutividade térmica (Kcal/m*h*°C)
L	parâmetro geométrico (m)
t	temperatura (°C)
N	número de colônias de esporos viáveis
N_0	número inicial de colônias de esporos viáveis
N_{Bi}	número de Biot (h*L/k)
T_c	temperatura no centro do produto (°C)

T_i	temperatura inicial do produto ($^{\circ}\text{C}$)
X	adimensional
z	índice de temperatura ou coeficiente térmico ($^{\circ}\text{C}$)
α	difusividade térmica (m^2/s)
β	coeficiente de expansão térmica($^{\circ}\text{C}$)
θ	tempo (s)
μ	viscosidade ($\text{Kg}/\text{m}^*\text{s}$)
ρ	densidade (Kg/m^3)

1. INTRODUÇÃO

Bacillus thuringiensis Berliner, é atualmente um dos inseticidas biológicos mais utilizados e difundidos em diversos países como Estados Unidos, Rússia, China e países europeus.

A importância do desenvolvimento dessa bactéria deveu-se ao fato desta apresentar características ideais como:

- a. Especificidade, virulência e potência contra insetos-praga.
- b. Inocuidade ao ser humano e outros vertebrados e insetos benéficos.
- c. Reprodução "in vitro" através de processo fermentativo, o que torna sua produção viável comercialmente.

Os estudos de fermentação para produção do inseticida biológico de *Bacillus thuringiensis* (Bt), vem sendo desenvolvidos há um bom tempo e levaram em consideração a variedade do microrganismo, os substratos a serem usados como fontes de carbono e nitrogênio e as condições operacionais da fermentação.

Entretanto, essa área é bastante carente de literatura, aplicada especialmente aos processos de secagem de microrganismo. No caso da recuperação do *Bacillus thuringiensis*, a manutenção da viabilidade é o fator mais importante e está associado à resistência térmica do microrganismo, sendo que esta depende fundamentalmente da combinação temperatura e tempo.

Para que o *Bacillus thuringiensis* chegue a fase de campo há necessidade de estudos e desenvolvimento de processos na área de recuperação do produto para que então seja formulado e aplicado.

2. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GERAL

1. Estudo de secagem de produtos de *Bacillus thuringiensis*, visando a manutenção da atividade microbiana.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Estudo de parâmetros envolvidos na secagem de *Bacillus thuringiensis*.
2. Determinação da viabilidade microbiana dos produtos secos.
3. Estudo termobacteriológico visando a determinação dos valores de D e z.
4. Determinação das curvas de penetração de calor.

3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.

3.1. *Bacillus thuringiensis*.

3.1.1. Histórico.

Patógenos de insetos, utilizados como agentes de controle biológico, têm sido usados em escala cada vez maior no combate a pragas da agricultura e vetores de doenças. Muitos resultados promissores obtidos com a bactéria entomopatogênica *Bacillus thuringiensis* (Bt) tem levado a pesquisa a concentrar esforços para elucidar uma série de fenômenos que acompanham o controle de insetos por ela exercido.

CAPALBO (1989) relata que o primeiro isolado de Bt, posteriormente denominado *Bacillus thuringiensis* var. *sotto*, foi obtido por Ishiwata, no Japão, em 1902, de uma lagarta do bicho da seda, *Bombix mori*. Em 1915, na Alemanha, Berliner isolou uma bactéria de *Anagasta kuhniela*, traça das farinhas, à qual denominou *Bacillus thuringiensis*.

Entretanto, apenas em 1953 foi demonstrada a presença do corpo paraesporal na célula esporulada desta bactéria, o qual foi associado à sua atividade inseticida. Esse corpo paraesporal (também denominado cristal, cristal protéico, endotoxina, deltaendotoxina ou protoxina), de natureza protéica, é formado durante o processo de esporulação do microrganismo.

3.1.2. Importância.

Conforme MORAES, CAPALBO (1986) o *Bacillus thuringiensis* é uma bactéria mesófila, aeróbica ou anaeróbica facultativa, gram-positiva, e que produz o cristal protéico durante a fermentação. Diversos pesquisadores reestudaram detalhadamente o efeito deste cristal protéico, também chamado delta-endotoxina, sobre as larvas de lepidópteros e pode-se dizer que esta toxina é hidrolisada por enzimas do processo digestivo e pelo pH alcalino característico do trato digestivo da larva. As sub-unidades do cristal atacam o tubo digestivo e causam então a paralisia. O esporo também atua no controle dos insetos quando penetra a parede do tubo digestivo destes, e pode se reproduzir em seu interior. Neste caso o inseto morrerá com características de septicemia e não de toxemia, como no caso de morte pelo cristal.

MORAES (1981) cita que outras toxinas são igualmente produzidas por diferentes variedades de Bt na fase vegetativa, e tem sido demonstrada sua atividade contra diferentes insetos. A ampla gama de insetos suscetíveis, a inocuidade à fauna e a flora, bem

como aos vertebrados e a possibilidade de produção "in vitro", foram aspectos positivos para a indústria se interessar pela produção deste inseticida em grande escala.

3.1.3. Produção Industrial.

O interesse comercial no desenvolvimento de produtos para controle microbiano de insetos iniciou-se em torno de 1950, quando se percebeu a possibilidade de manipular microrganismos para causar epizootias em insetos suscetíveis, a velocidades próximas àquelas dos produtos químicos, sem contudo causar danos às espécies benéficas. Primeiramente, foram as empresas com instalações para fermentação que, na procura de novos mercados, se lançaram no estudo da produção do Bt, que se apresentava viável para crescimento *in vitro*. A seguir, as indústrias de produtos químicos, já estabelecidas na produção e venda de inseticidas, demonstraram interesse devido a potencialidade que o inseticida bacteriano representava na facilidade de produção, viabilidade e eficácia para o controle de insetos, MORAES, CAPALBO (1986).

Para a produção comercial de microrganismos, ou de produtos microbianos, há necessidade de uma linhagem bem adaptada ao processo fermentativo e variações são necessárias a fim de maximizar a produção e realizar o crescimento sob condições de fermentação econômica. No caso de Bt é a aplicação de bioensaios com o produto obtido que determina a melhor linhagem. Isto envolve grande consumo de tempo, o que não é prático nem econômico, porém indispensável, MORAES (1976).

3.2. Recuperação do Produto.

A recuperação de produtos microbianos pode ser mais difícil e mais cara que o processo fermentativo. Como exemplo, sabe-se que para uma planta de produção de antibiótico, o investimento realizado com as instalações de recuperação representam cerca de quatro vezes o custo das instalações de fermentação (fermentador e equipamentos auxiliares). Cerca de 60 % do custo fixo de plantas de fermentação para ácidos orgânicos ou amino-ácidos são atribuídos à seção de recuperação, BUNGAY et al (1984).

Segundo DIETZ (1981), dentre os processos utilizados para recuperação de microrganismos, podem ser considerados vários métodos, os quais são usados para conservação de culturas microbianas. O método de liofilização é o mais conveniente para a maioria das bactérias incluindo actinomicetos e alguns fungos e leveduras, além de ser bom para culturas que serão comercializadas. Apresenta algumas desvantagens tais como de que a viabilidade usualmente é boa mas esse rigoroso processo pode ocasionar mutantes indesejáveis e é insatisfatório para alguns microrganismos higrófilos e fungos altamente esporulados. Outro método é o da conservação a Ultra Baixa Temperatura ou sobre nitrogênio líquido (-196 °C), cujas vantagens são que há uma interrupção do metabolismo e permite longo período de armazenamento. Como desvantagens temos o custo de investimento inicial muito alto, a necessidade de condições economicamente estáveis para evitar perdas por deficiência no suprimento de nitrogênio líquido, e é um processo caro e deve-se ter muito cuidado no caso de uso de ampolas lacradas. O lacre impróprio pode

permitir que haja entrada do nitrogênio no material e quando exposto ao ar pode ocorrer explosão.

3.3. Recuperação de Material Biológico.

Usa-se amplamente a secagem na recuperação dos produtos de fermentação, ligado principalmente às operações de acabamento, BORZANI et al (1975).

O processo de secagem de um produto biológico envolve a remoção de água até o ponto em que o produto possa ser armazenado com segurança. A condição necessária para que ocorra o processo de secagem é que o teor de umidade do produto esteja acima do seu teor de umidade de equilíbrio, para condições pré-estabelecidas de umidade relativa e temperatura do ar de secagem, FORTES, OKOS (1980).

Dentre os fatores que determinam a taxa de evaporação da água na superfície de um corpo ou um material poroso completamente úmido, consideram-se: temperatura; umidade, pressão de vapor e velocidade do ar; tamanho e forma da superfície úmida; direção do movimento do ar em relação à superfície úmida, LOPES FILHO (1983).

Segundo SOLOMONS (1969) uma das mais difíceis operações de recuperação de material biológico é a secagem. Materiais termo-lábeis não apresentam apenas problemas de inatividade causados por altas temperaturas, mas muitas vezes paradoxalmente, precisa-se de certa quantidade de calor para evitar uma autólise enzimática. Como exemplo bastante típico para esse tipo de problema, pode-se comparar a secagem de microrganismos como a de um conjunto de células. Temperaturas elevadas causam,

obviamente, severos danos em proteínas, mas a secagem a vácuo a 40 °C também é muitas vezes igualmente desastrosa porque uma severa degradação pode ocorrer e o material obtido ficar com coloração escura e apresentar odor de amônia. Como em muitas operações, deve-se observar que o processo para secagem de 10 mg de amostra laboratorial apresenta um grau de complexidade positivamente diferente do manuseio de 50 kg do mesmo material.

BLACHERE et al (1973), secando meio de *Beauveria tenella*, em leito fixo com temperatura de entrada do ar a 25 °C por 48 h, obteve queda de viabilidade do material para 5,3%, com as causas identificadas como: tempo longo de secagem, má circulação do ar, células muito compactadas e ação nociva do oxigênio do ar. Os autores formulando e secando meio de *Beauveria tenella* com sílica à temperatura de 30 °C por 4-5 h obtiveram uma viabilidade final de 4,9% .

Beauveria brongniartii e *Beauveria bassiana* formuladas e secas em leito fixo com temperatura de ar de entrada a 150 °C e de saída a 70 °C, tiveram uma viabilidade final entre 50-70% . O inerte usado foi a bentonita, FARGUES et al (1979).

Reed e Ponte apud MORRIS (1990) afirmam que geralmente leveduras são secas em correntes de ar, mantendo a temperatura da levedura abaixo de 40 °C.

MORRIS (1990) secando leveduras em secador de leito de jorro à temperaturas de 100, 120 e 140 °C, obteve uma viabilidade entre 13,8 e 39% após 30 minutos de secagem.

DULMAGE et al (1990) formularam uma pasta obtida por centrifugação de *Bacillus thuringiensis* com agente umectante, dispersante e inerte tendo 4% de princípio

ativo. O material foi seco em atomizador com temperatura de entrada entre 125 e 150 °C e temperatura de saída a 75 e 100 °C.

3.4. Resistência Térmica de Bactérias.

STUMBO (1973), apresenta os métodos mais comuns usados para medida da resistência térmica das bactérias: Tempo de morte térmica (TDT)-método de tubo, Tempo de morte térmica (TDT)-método latas, Método do Tanque, Método de Frasco, Termoresistor, Método TDT com tubo aberto, Método do tubo capilar, que são comumente empregados para determinação do tratamento térmico, representado pelo valor **D**. Dependendo de como os dados foram obtidos, o valor **D** pode ser tomado diretamente através da construção da curva de sobreviventes plotando o logaritmo do número de sobreviventes versus tempo (temperatura constante), ou ainda através da suposição da ordem de logaritmo de morte, a partir do número inicial de sobreviventes após um intervalo de tempo de aquecimento, a cada temperatura estudada.

O valor **D**, tempo de redução decimal, é definido como o tempo para que a linha do gráfico do logaritmo do número de sobreviventes versus tempo, atravesse um ciclo logarítmico, ou, tempo para que o número de sobreviventes seja alterado em um fator de 10, ou ainda, tempo para que a população de sobreviventes seja reduzida em 90%, PFLUG (1990).

O valor **z**, coeficiente de temperatura de destruição microbiana, é definido como o número de graus de temperatura necessários para causar uma redução de fator 10

no valor **D**, ou para que o mesmo seja reduzido em 90% . É calculado através da declividade da reta quando plota-se logaritmo de **D** versus temperatura.

3.4.1. Fatores que influenciam a resistência térmica das bactérias.

Podem ser classificados os seguintes fatores, STUMBO (1973):

- a. Resistência inerente (genético).
- b. Influências ambientais ativadas durante o crescimento e formação de células e esporos: idade, temperatura de crescimento, natureza do meio onde o esporo foi produzido, efeito do meio de recuperação do esporo.
- c. Influências ambientais ativadas durante o tempo de aquecimento das células ou esporos.

BASSEN et al (1989) estudando a resistência térmica do *B. cereus* expressa como o valor **D**, observou um aumento deste de 3,1 para 3,7 minutos com a variação do pH do produto (leite em pó, soro de leite em pó e água) de 6,2 para 7,2.

3.4.2. Resistência térmica de *Bacillus* e em especial *B. thuringiensis*.

As espécies de Bt são muito parecidas às espécies de *Bacillus cereus* quanto às características culturais e bioquímicas. A priori, se forem ignorados os cristais e a potência entomopatogênica, grupos das duas espécies não podem ser distinguidos por testes bacteriológicos de rotina, DE BARJAC (1981).

Segundo DULMAGE, AIZAWA (1982), o termo Bt é, muitas vezes, mal empregado, descrevendo um grupo de organismos similarmente próximos em tamanho e na forma ao *B. cereus*.

A resistência térmica do *Bacillus cereus* é apresentada na Tab 1, a partir de dados obtidos por vários autores:

EL-GHANNAM et al (1988) trabalhando com culturas de *B. thuringiensis* e *B. subtilis* obteve redução de 20-25% da viabilidade quando o tratamento térmico foi de 60 °C por 10 a 30 minutos; a 70 °C pelo mesmo tempo a viabilidade foi reduzida em 64-76 % e em banho-maria em água fervente (aproximadamente 100 °C) reduziu-se a 14,6 e 9,5 % para *B. thuringiensis* e 21,4 e 16,7 % para *B. subtilis*. O *B. subtilis* é mais resistente ao calor.

PENDURKAR, KULKARNI (1989) estudando a resistência térmica de esporos de *Bacillus* em água destilada e leite pasteurizado, encontrou para 100 °C o valor D de 19, 26,5, 20,2, 30,2 e 54 minutos para *B. cereus*, *B. pumilis*, *B. subtilis*, *B. coagulans* e *B. licheniformi*. O experimento constou de aquecimento a 50-100 °C por 10-100 minutos.

Tabela 1. Resistência térmica do *Bacillus cereus*.

temperatura °C	D min	Fonte
82	232,84	FAJARDO NOGUEIRA et al (1992) ¹
85	110,87	FAJARDO NOGUEIRA et al (1992) ¹
90	13,50	FAJARDO NOGUEIRA et al (1992) ¹
92	6,72	FAJARDO NOGUEIRA et al (1992) ¹
95	30,00	FAJARDO NOGUEIRA et al (1992) ¹
98	2,34	FAJARDO NOGUEIRA et al (1992) ¹
100	19	PENDURKAR, KULKARNI (1989) ²
110	1,00	PFLUG (1990) ²

¹ para valores de $z = 7,8$ °C

² para valor de z não definido.

3.5. Tipos de secadores.

Dos tipos de secadores tem-se dois grandes grupos: secadores diretos e indiretos.

Nos secadores diretos o calor se transfere pelo contato entre o sólido úmido e um gás aquecido. O líquido vaporizado é carregado através do meio de secagem, ou seja, o gás aquecido. Os secadores diretos podem também ser chamados de secadores de convecção. Como exemplo desse secador tem-se o secador de leito estático ou convencional, secador de túnel, de leito fluidizado e atomizadores. Nos secadores indiretos, o calor para secagem é transferido para o sólido úmido através de uma "parede" (suporte). O líquido

vaporizado é removido independentemente do meio de secagem. A velocidade de secagem depende do contato do material úmido com a superfície quente. Secadores indiretos também são conhecidos como secadores de condução ou de contato, como exemplo tem-se os liofilizadores, PORTER (1984).

COUCH, ROSS (1980) baseando-se em patentes internacionais de produtos comerciais de Bt informam que a pasta de células pode ser seca em leito fixo com ar forçado a 40-50 °C, em secador a vácuo, por atomização ou liofilização.

3.5.1. Secador de leito estático.

No secador de leito estático, o material é aquecido principalmente por convecção pelo ar circulante, a temperatura é controlada para o material não se aqueça acima da temperatura especificada. Esta temperatura pode ser fixada ligeiramente acima da temperatura de bulbo-úmido, que raramente excede 70 °C. Em geral são secadores mais baratos. Este tipo de secador apresenta algumas desvantagens, KEEY (1975):

- a. O ar exaurido é ainda quente o que causa uma baixa eficiência térmica.
- b. Se o umidificante for um solvente valioso, sua recuperação no gás ventilado é difícil e cara.
- c. O produto pode reagir com o oxigênio e outros gases em contato.
- d. Com materiais pulverulentos, o ar circulante pode carregar as partículas finas, e em consequência é perdida parte do material.

3.5.2. Atomizador ou "Spray dryer".

Quando usado para materiais biológicos, os atomizadores ou "spray dryers", na maioria das vezes operam com temperatura do gás de entrada em 250 °C e o gás de saída com 100 °C. A secagem geralmente é instantânea e embora a temperatura do ar seja alta, o material seco nunca alcança essa temperatura. O processo é tão rápido que a desnaturação é menor do que primeiramente se suporia, mas há muitas vezes uma sensível diferença entre a temperatura do ar que entra e sai bem como na razão de alimentação assim, um bom número de experimentos é necessário para se alcançar resultados confiáveis, SOLOMONS (1969).

3.5.3 Liofilizador

A liofilização é uma das técnicas mais comumente usadas para secagem de materiais termolábeis em laboratório. Muitos liofilizadores de laboratório tanto podem ser usados para produção de material em ampolas ou para secar maiores volumes dependendo da capacidade do equipamento, SOLOMONS (1969).

Segundo REY (1975), a liofilização é uma operação múltipla na qual o material para ser estabilizado necessita de :

- a. congelamento a baixas temperaturas.
- b. secagem por sublimação direta do solvente congelado, geralmente com pressão reduzida.

c. estocagem sob condições controladas, livre de oxigênio, vapor d'água, usualmente em embalagens opacas e à vácuo.

Entre os parâmetros envolvidos estão: temperatura máxima para a solidificação completa, velocidade ótima de resfriamento, ocorrência de estabilidade do produto e temperatura mínima do início do descongelamento.

3.6. Penetração de Calor.

HAYAKAWA (1970) comenta que existem muitas fórmulas na literatura para obtenção da temperatura num processo transiente. Estas fórmulas são classificadas em dois grupos: um baseado em fórmulas teóricas de transferência de calor (Ball et al, 1957; Charm, 1963; Cewell et al, 1961; Evans, 1958, Evans et al, 1954; Gillespy, 1953; Hayakawa et al, 1968, 1969 e Hieks, 1951) e outro baseado no uso de parâmetros experimentais como f e j (Ball, 1923).

SPAGNOL et al (1989), apresentam numa revisão os significados dos fatores f e j . O fator f quando obtido graficamente plotando tempo de secagem versus temperatura do produto, indica o tempo necessário para que haja uma variação de 90% na temperatura no trecho linear da reta. No seu significado físico, o fator f relaciona-se com as mudanças de temperatura do produto em relação ao sistema externo: parâmetro geométrico do produto, facilidade do produto armazenar calor, facilidade do produto em conduzir o calor e do coeficiente convectivo de transferência de calor. O fator j , fator de atraso, é uma função do

número de Biot, que está relacionado o coeficiente convectivo, desde que o parâmetro geométrico e a condutividade térmica do material sejam considerados constantes.

3.7. Difusividade térmica.

SINGH (1982), comenta que difusividade térmica, α , é a relação entre três propriedades do material: condutividade térmica, densidade e calor específico. O significado físico de α é usado para determinar quão rápido o calor se propaga ou se difunde no material. O mesmo autor apresenta modelos, desenvolvidos por Riedel (1969) e Matens (1980), para prever a difusividade térmica relacionando-a com o conteúdo de água.

MURR (1992) determina a difusividade efetiva através de método de regressão não linear ao modelo difusional baseado na geometria inicial da amostra.

4. MATERIAL E MÉTODOS.

4.1. MATERIAL.

4.1.1. Microrganismo.

Bacillus thuringiensis, var *kurstaki*, HD1, proveniente do United States Department Agriculture, USDA, e mantido liofilizado no laboratório de Formulação e Fermentações do CNPMA/EMBRAPA.

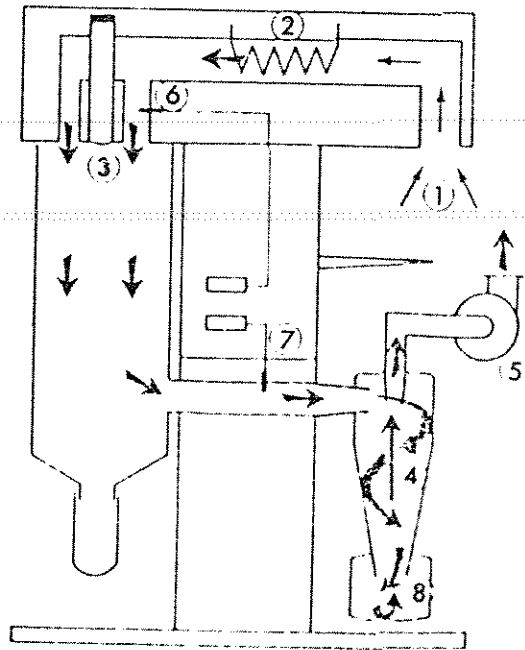
4.1.2. Equipamentos para secagem:

4.1.2.1. Secagem por atomização:

Atomizador:

Marca: Büchi Laboratory Techniques LTD

Modelo: Büchi 190 (Fig 1)



1. Entrada de ar frio 2. Aquecimento 3. Entrada ar quente 4. Ciclone 5. Exaustão
6. Medidor de temperatura de entrada 7. Medidor de temperatura de saída 8. Coletor

Figura 1. Esquema do atomizador.

4.1.2.2. Secagem convencional:

Secador:

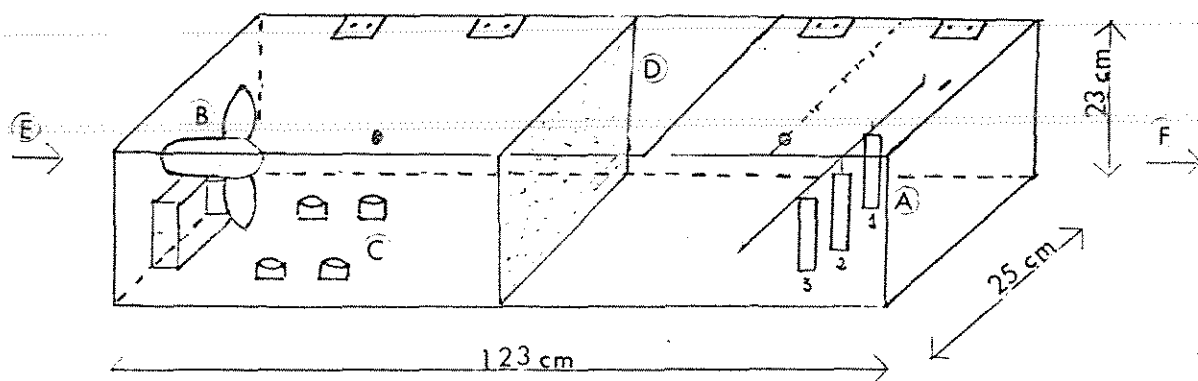
Equipamento construído na Faculdade de Engenharia Agrícola-UNICAMP.

Esquema: Fig 2

Amostrador:

Caixas de acrílico e voil de seda, com as seguintes dimensões: 10,0 X 5,0

X 2,0 cm, com tampa tipo gaveta, segundo a Fig 3.



A.Amostras B.Ventilador C.Soquetes para lâmpadas ou resistências D.Tela de dispersão E. Entrada de ar F. Saída de ar
Figura 2. Esquema de secador convencional

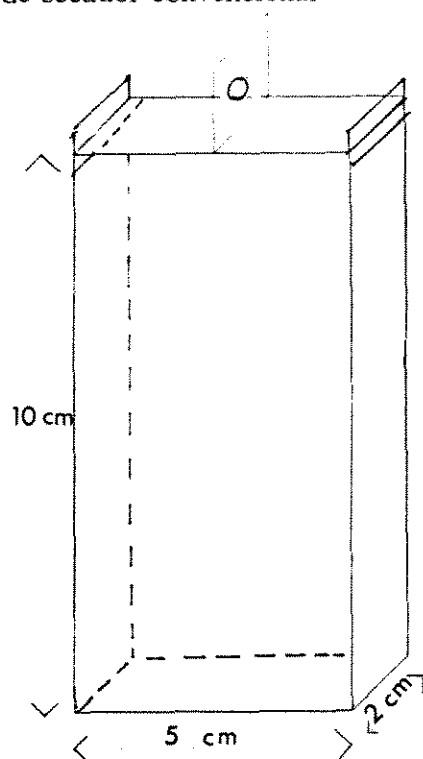


Figura 3. Amostrador.

4.1.2.3. Liofilizador:

Equipamento da Fundação Tropical de Pesquisas e Tecnologia "André Tosello"

4.1.3. Inerte:

Argila:

Marca: Sinter Mor Mineração LTDA

Tipo: Caolinita A-50

4.1.4. Outros equipamentos:

Agitador de tubos:

Marca: Scientific Industries Inc.

Modelo: K-550-G, Vortex-Genie.

Agitador magnético:

Marca: Fisatom

Modelo: 753 A

Agitador incubador:

Marca: New Brunswick Scientific CO. INC.

Modelo: G 25

Agitador pneumático:

Marca: Coleparmer

Modelo: R-4685-00 Explosion-proof stirrer.

Anemometro:

Marca: Airflow Developments

Modelo: Airflow LCA 600 , V K Patent nº 2127972,

Autoclave:

Marca: Fabbe-Primar

Modelo: 103, autoclave vertical

Balanças:

Marca: Mettler

Modelo: AE 160, quatro casas decimais.

Marca: Brinkmann Instruments Co Div of Sybrom

Modelo: Sartorius universal, duas casas decimais

Câmara de fluxo laminar:

Marca: Engelab

Tamanho: 1200 X 780 X 2280 mm

Centrífuga:

Marca: Penwalt S.A. Ind. e Com.

Modelo: T 1 - série 86 BT 1 1665, tipo Sharples.

Contador de colônias:

Marca: Phoenix

Modelo: EC 550

Estufa:

Marca: Precision Scientific Group

Modelo: 16

Fermentador: Microferm Fermentor, 14 1

Marca: New Brunswick CO. INC.

Modelo: ME 214

Microscópios:

Marca: Carl Zeiss Jena

Modelos: Jenaval e Jenamed2

Moinho:

Marca: Motor Brasil

Modelo: Tipo Coloidal.

Potenciômetro:

Marca: Incibrás

Modelo: pH-1400

Pipeta automática de precisão:

Marca: Gilson

Modelo: P-20, Pipetman P

Ultra-som:

Marca: Thorton Inpec Eleteronic SA

Série: GR-GA

4.1.5. Reagentes para análise, composição dos meios de cultura e vidraria.

4.2. MÉTODOS

4.2.1. Produção de *Bacillus thuringiensis*.

O material em estudo foi obtido através de fermentação submersa, realizada no laboratório de Formulação e Fermentações do CNPMA/EMBRAPA, usando metodologia de MORAES (1976). O processo foi iniciado a partir de microrganismo liofilizado, que foi re-hidratado e inoculado em meio de manutenção, composto de ágar nutriente, em tubos de ensaio inclinados.

4.2.1.1. Pré-fermentação.

Para a produção de Bt, por fermentação submersa, é necessário uma pré-fermentação. Foram preparados cinco erlenmeyers (500 ml), com 100 ml de meio, com a seguinte composição:

Na ₂ HPO ₄	4,7 g/l
NaCl	5,0 g/l
Glicose	2,0 g/l
Triptose	20,0 g/l

pH = 7,3

O meio de cultura foi esterilizado a 121°C, 15 min e depois resfriado a 30°C.

Com uma alça de platina, inoculou-se o Bt que estava em meio de manutenção, em cada um dos erlenmeyers. Estes foram colocados em agitador a 150 rpm e temperatura de 30°C, por cerca de 16 horas.

Após a contagem de células produzidas, com a câmara de Newbauer, o material foi padronizado para $3,5 \cdot 10^8$ células/ml e inoculado no fermentador.

4.2.1.2 Fermentação.

A cuba de fermentação com o meio, bem como todo o material a ser utilizado na fermentação, foi esterilizado a 121°C, 15 min. Como meio de cultura utilizou-se a seguinte composição:

Caldo Nutriente	28 g/l
K ₂ HPO ₄	1,75 g/l
pH 7,3	

As condições de fermentação foram:

aeração	0,4 vvm
agitação	200 rpm
temperatura	30°C
vol. do fermentador	14 l
vol. meio de fermentação	10 l
conc. cel. no inóculo	$3,5 \cdot 10^8$ cel/ml
vol. inóculo/vol. total	5 %

O tempo de fermentação esteve próximo de 30 horas. O acompanhamento foi feito através do pH do meio, e microscopicamente através de lâminas para observação de formação de esporos.

2.4.2. Centrifugação.

Após a fermentação foi realizada a separação dos sólidos do material fermentado através de centrifugação

As condições para centrifugação do material fermentado foram:

vazão	60 ml/min
rotação	24 000 rpm

A umidade do material após a centrifugação esteve entre 78 e 84% e foi determinada pelo método de estufa a 60°C.

Foi centrifugada uma cuba de fermentação por vez, ou seja 10 l de material.

O rendimento médio foi de 8 g de massa úmida por litro de caldo.

4.2.3. Preparo do material.

4.2.3.1. Preparo de material para secagem em atomizador.

O material foi preparado com umidade de 80% Bu (base úmida).

Composição do material:

Bt	0,6%
argila	19,4%
solução de lactose 5%	80%

A argila escolhida como inerte foi a caulinita (argila de duplacamada) que estava disponível no CNPMA. Esta já havia demonstrado boa compatibilidade, molhabilidade e suspensibilidade quando usada com material biológico, PEREIRA¹

A solução de lactose foi usada para proteção do material biológico, DULMAGE (1990).

Inicialmente misturou-se a solução de lactose com a argila que foi colocada por 20 min em um moinho para diminuição do tamanho das partícula da argila. Acrescentou-se então o Bt, e o material ficou por mais 2 minutos no moinho.

O material resultante foi colocado em bequer de 3 l, sob agitação constante, para que não houvesse decantação durante o processo de secagem no atomizador.

4.2.3.2. Preparo do material para secagem convencional.

O material foi preparado em um bequer de 1 l com umidade aproximada de 50% Bu

Composição do material:

Bt	1,5%
argila	48,5%
solução de lactose 5%	50%

¹ PEREIRA, A.L. Comunicação pessoal. Laboratório de Formulação e Fermentações, CNPMA/EMBRAPA, 1992.

Inicialmente foram misturados os componentes e então foram colocados em agitador por 20 min, a 50 rpm.

Então o material foi colocado nas caixas de acrílico recobertas de tecido, previamente pesadas, para serem levadas ao secador convencional.

4.2.3.3. Preparo do material para secagem por liofilização.

Foi entregue o material centrifugado com cerca de 80% de umidade à Fundação Tropical de Pesquisa "André Tosello", para que fosse realizada a liofilização, conforme metodologia própria do laboratório.

4.2.4. Secagem.

4.2.4.3. Secagem em atomizador.

As amostras foram secas nas seguintes condições do equipamento:

	posição
aspirador	17
bomba	9,8
fluxo de ar	600 NI/h
vazão	600 ml/h

As condições de temperatura variaram em:

aquecimento (posição)	temp entrada (°C)	temp saída (°C)
8	120 ± 2	80 ± 2
10	150 ± 2	104 ± 2
12	180 ± 2	130 ± 2

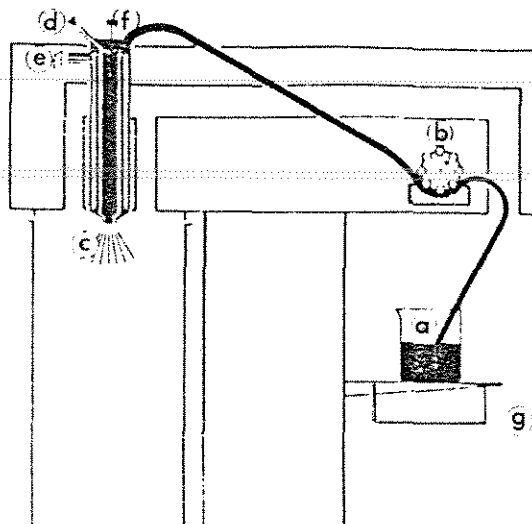
A alimentação do atomizador foi feita através de uma bomba peristáltica. Segundo esquema apresentado na Fig 4.

Ajustou-se a temperatura de ar de entrada , e secou-se cerca de 600 ml de material úmido. Após resfriamento do equipamento retirou-se a amostra seca que era acondicionada em recipientes de vidro. O coletor de material seco era substituído a cada montagem.

O intervalo entre cada operação não foi maior que 15 min.

4.2.4.2. Secagem convencional.

Para ajuste da temperatura do ar no secador usou-se uma combinação de resistências e lâmpadas. Cerca de 30 min antes de serem colocados os amostradores para secar, o secador era ligado e a temperatura estabilizada.



A. Material a ser seco B. Bomba peristáltica C. Material atomizado D. Entrada de água fria
E. Saída de água quente F. Agulha G. Agitador

Figura 4. Sistema de alimentação do atomizador.

Os amostradores eram colocados sempre na seguinte ordem: a amostrador 1, amostrador 3 (para determinação de viabilidade) e amostrador 2.

A cada tempo os amostradores 1 e 2 eram pesados e do amostrador 3 era retirada uma amostra para determinação da viabilidade.

As amostras para determinação de viabilidade foram colocadas em vidro tipo penicilina, para posterior análise.

As pesagens eram feitas imediatamente após retirada, em balança eletrônica com dois decimais.

A determinação da difusividade efetiva foi realizada utilizando valores médios obtidos das curvas de secagem, por metodologia de MURR (1992). Foram utilizados dois métodos para a determinação. No primeiro usou-se o termo adimensional $(X-X_0)$, que considera a amostra completamente seca ($X_e=0$) e no segundo o termo adimensional $(X-X_e)/(X_0-X_e)$ que considera a umidade de equilíbrio.

4.2.3.3. Secagem por liofilização.

Foi feita pela Dra. Dirce Mithico Yamaoka Yano, da Coleção de Cultura Tropical, da Fundação Tropical de Pesquisas e Tecnologia "André Toselo", nas condições utilizadas para preservação de culturas.

4.2.4. Análise de Viabilidade.

As amostras coletadas para viabilidade foram preparadas por metodologia desenvolvida por RIOS².

As amostras foram pesadas e colocadas em tubos de vidro de diâmetro 2,0 cm, acrescentando 5 ml de solução salina.

Os tubos contendo o material seco e solução salina eram colocados por 10 min no ultra-som, para que o pó se dissolvesse na solução salina.

²RIOS, E.M. Correspondência pessoal. Universidade Federal de Pernambuco, Departamento de Antibióticos, Recife, 1993.

Para reativar os esporos, aplicou-se choque térmico, colocando os tubos em banho-maria a 80°C, por 10 min e depois em água fria, até que atingissem a temperatura ambiente.

Fizeram-se as diluições necessárias, para que fosse possível a contagem de colônias viáveis.

Foi feito plaqueamento de superfície, usando meio de cultura nutriente ágar 2%, sendo aplicados seis pontos com 20 µl de amostra em cada placa. Foram incubadas a temperatura de 25°C por 15 a 20 h. Foram realizadas três leituras para cada amostra.

5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

5.1. Atomizador.

5.1.1. Resultados das secagens.

A secagem feita em atomizador teve registradas as seguintes temperaturas:

temperatura de entrada	temperatura de saída
120 ± 2	80 ± 2
150 ± 2	108 ± 2
180 ± 2	128 ± 2

Os resultados da secagem da Tabela 2 estão expressos em cev (número de colônias obtidas de esporos viáveis) e N/N_0 (viabilidade relativa, onde N_0 é o número inicial de colônias e N o número de colônias após a secagem).

Tabela 2. Resultados da secagem por atomizador.

amostra	temperatura entrada (°C)	N_0 (cev)	N (cev)	N/N_0 (%)
1	120	4650000	2620456,92	57,46
	150	4650000	1554004,01	34,08
	180	4650000	1058223,45	23,21
2	120	7311000	3057355,99	41,82
	150	7311000	2220426,14	30,38
	180	7311000	1867072,61	25,54
3	120	10200000	8172120,87	80,12
	150	10200000	6309136,09	66,71
	180	10200000	3063321,57	30,03

5.1.2. Análise estatística.

Com base nos dados acima foi feito o teste estatístico com Delineamento de Blocos Casualizados, pois o número de esporos inicial variou muito, uma vez que cada teste foi feito a partir de uma fermentação. Foram usadas duas variáveis para análise: N (transformada em $N/1000000$) e $\log N$. Houve diferença significativa entre os blocos, e entre as temperaturas de secagem com coeficiente de variação de 30,993% para a variável N ; e de 1,301% para a variável $\log N$.

O Anexo 1 apresenta a análise de variâncias dos resultados do atomizador. O resumo do teste de médias para temperaturas se apresenta na Tabela 3.

Tabela 3. Teste de Tukey para médias de temperaturas, em atomizador.

temperatura (°C)	N (cev/1000000)		log N	
	médias	5%*	médias	5% *
120	4,616698	a	6,604680	a
150	3,526220	a	6,449324	b
180	1,996168	b	6,258633	c

* Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado. Foi usado o teste de Tukey.

5.1.3. Análises termobacteriológicas.

Com os dados de secagem foram feitas as análises termobacteriológicas do *Bacillus thuringiensis*, assim definidas as características que podem ser usadas posteriormente para outras secagens. Na Fig 5 se apresenta a influência das temperaturas na morte das bactérias.

5.1.3.1. Cálculo do valor D.

Para o cálculo do valor D, considerou-se que a amostra permaneceu em contato com o ar quente por 2 segundos, MICRONAL (Catálogo Técnico), foi utilizada a declividade média das retas. Os resultados médios estão apresentados na Tabela 4, e nas Fig 6, 7, 8.

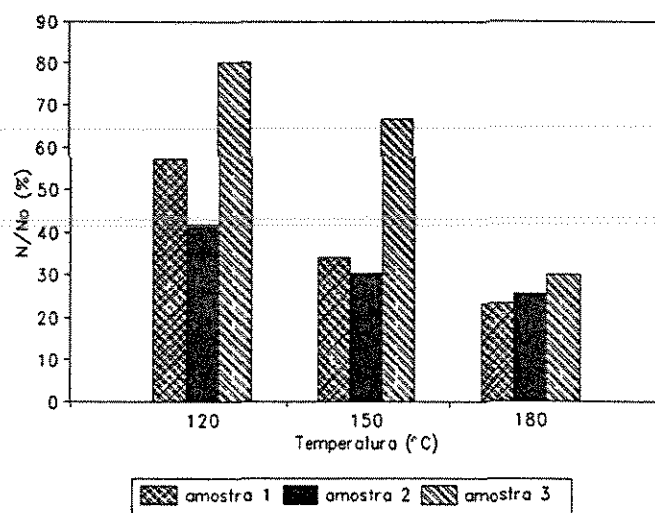


Figura 5. Viabilidade comparativa, em secador do tipo atomizador.

Tabela 4. Valores médios de **D**, para atomizador.

temperatura (°C)	D médio (s)
120	9,49
150	5,88
180	3,43

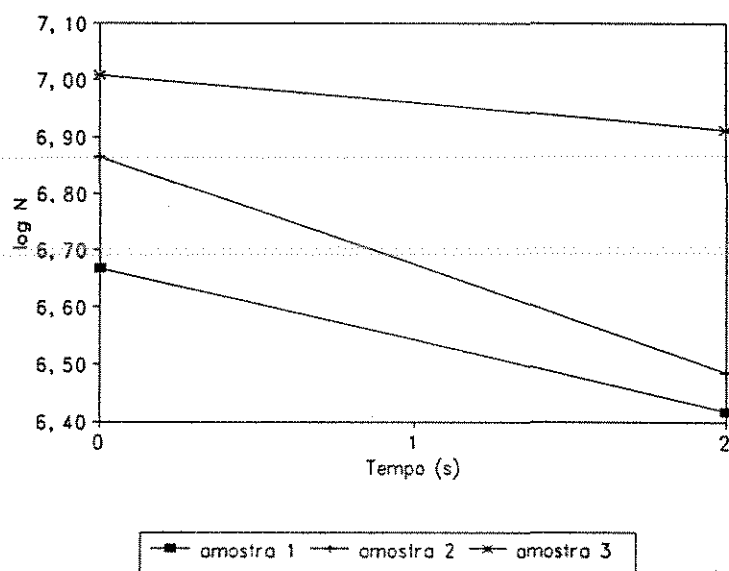


Figura 6. Curva de Sobreviventes, após secagem em atomizador à temperatura de 120°C

5.1.3.2. Cálculo de Z.

Com os valores de D foi construída a Fig 9, e por regressão tendo R^2 de 0,9988, tem-se o valor de Z que foi de 135,16 °C.

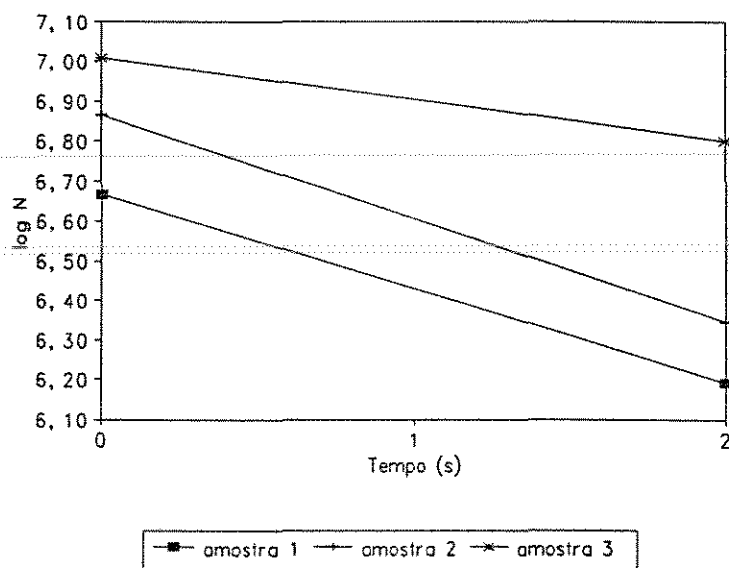


Figura 7. Curva de Sobreviventes, após secagem em atomizador à temperatura de 150°C.

5.2. Secagem Convencional.

5.2.1. Resultados das secagens.

Para a secagem convencional foram realizadas nove fermentações para obter a quantidade de Bt necessária ao ensaio, uma vez que uma mesma fermentação foi insuficiente para as três diferentes temperaturas de secagem.

As temperaturas utilizadas foram 50°C, 70°C e 90°C.

Para comparação das secagens foi usado o parâmetro N/N_0 , que se encontra na Tabela 5, e na Fig 10.

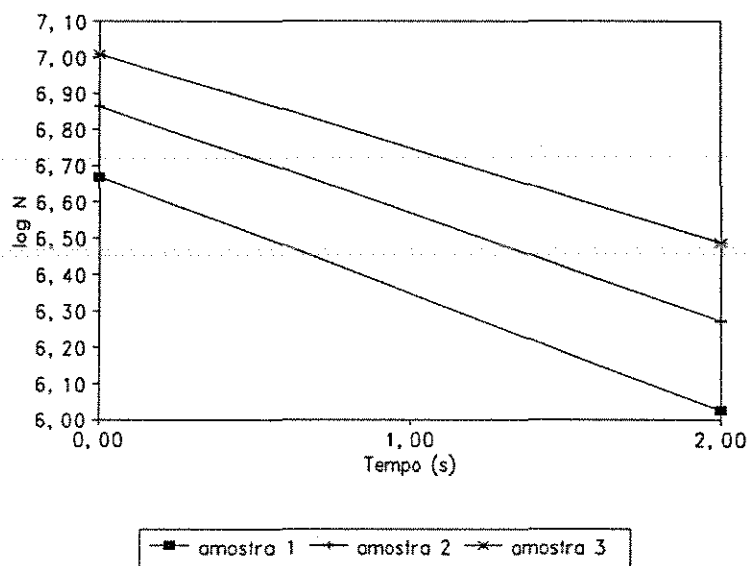


Figura 8. Curva de Sobreviventes, após secagem em atomizador à temperatura de 180°C.

Tabela 5. Resultados da secagem convencional.

Temperatura (°C)	No	N	N/No (%)
50	1,59 E+9	8,4 E+8	53,14
	9,01 E+7	1,08 E+7	11,96
	4,15 E+8	1,44 E+8	34,66
70	2,00 E+7	2,35 E+6	11,85
	9,09 E+7	3,29 E+7	36,18
	1,71 E+8	1,21 E+8	70,74
90	3,15 E+8	1,29 E+5	0,04
	1,59 E+8	3,89 E+3	0,00
	7,55 E+7	1,11 E+5	0,15

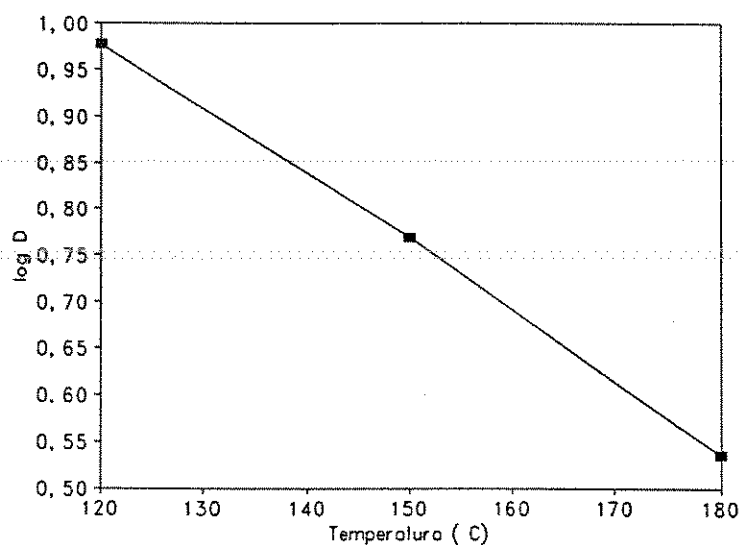


Figura 9. Curva Fantasma de Morte Térmica, para secagem em atomizador, nas temperaturas de 120, 150 e 180°C.

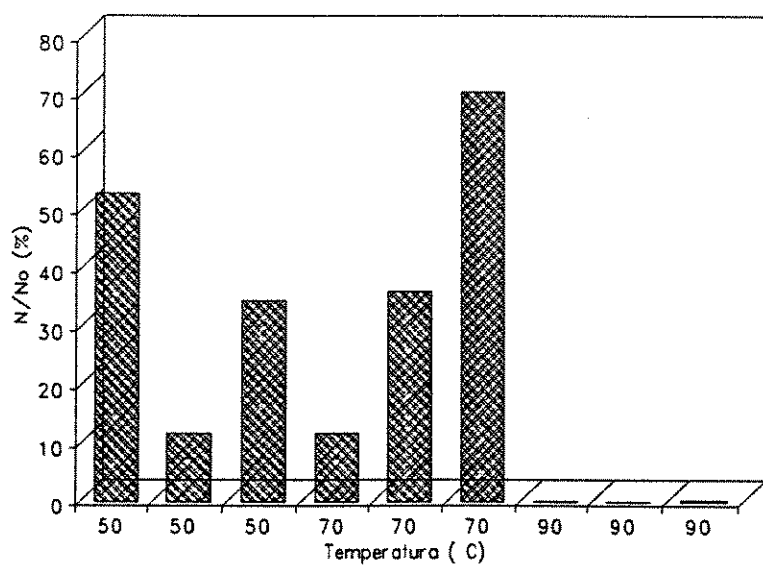


Figura 10. Viabilidade comparativa após secagem convencional a 50, 70 e 90°C.

5.2.2. Análise estatística.

Foi usado o Delineamento de Blocos Casualizados. Foram comparados os blocos e tempos de secagem na mesma temperatura. A variável foi o N (cev/1000000) e log N. Um resumo da análise de variância se encontra no Tabela 6, e a análise completa no Anexo 2, juntamente com os resultados das diversas secagens.

Tabela 6. Análise de Variância.

temperaturas (°C)	causas de variação	N (cev/1000000)			log N				
		valor F	prob>F	coef. variação	valor F	prob>F	coef. variação		
50	bloco	108.85	0.00001	s	39.442%	61.26	0.00001	s	5.203%
	tempo	2.05	0.09363	ns		2.11	0.08528	ns	
70	bloco	6.31	0.00845	s	77.635%	6.39	0.00809	s	5.759%
	tempo	1.45	0.23763	ns		1.69	0.1678	ns	
90	bloco	4.16	0.03190	s	125.440%	0.62	0.55505	ns	9.394%
	tempo	4.30	0.00438	s		15.59	0.00001	s	

s=significativo ns=não significativo

Nas tabelas 7, 8 e 9 encontra-se um resumo do teste de médias feito a partir dos dados experimentais para viabilidade em função do tempo de secagem.

Tabela 7. Teste de Tukey para médias de tempo à temperatura de 50°C.

tempo (h)	N (cev/1000000)		log N	
	médias	5%	médias	5%
0	698,336657	a	8,590000	a
1	587,329992	a	8,450000	a
3	542,546646	a	7,923333	a
5,5	676,083341	a	8,503333	a
8,5	408,309992	a	8,230000	a
11	316,653328	a	7,766667	a
13,5	316,476662	a	7,590000	a
16,5	382,460000	a	7,686667	a
19,5	354,736659	a	8,066667	a
22,5	333,170004	a	8,040000	a

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

Tabela 8. Teste de Tukey para médias de tempo à temperatura de 70°C.

tempo (h)	N (cev/1000000)		log N	
	média	5%	média	5%
0	93,899998	a	7,830000	a
1	63,363333	a	7,740000	a
3	106,706665	a	7,943333	a
5,5	42,239999	a	7,550000	a
8,5	75,153333	a	7,706667	a
11	25,620000	a	7,353333	a
13,5	24,960000	a	7,333333	a
16,5	22,273333	a	7,310000	a
19,5	40,800000	a	6,853333	a
22,5	52,076667	a	7,323333	a

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

Tabela 9. Teste de Tukey para médias de tempo à temperatura de 90°C.

tempo (h)	N (esporos/1000000)		log N	
	médias	5%	médias	5%
0	183,230001	a	8,193333	a
1	108,583331	ab	8,003333	a
3	72,353333	ab	7,296667	ab
5,5	26,483334	b	7,023333	ab
8,5	14,873333	b	7,003333	ab
11	5,616667	b	6,666667	abc
13,5	0,893333	b	5,936667	bcd
16,5	0,206667	b	4,993333	cd
19,5	0,036667	b	4,390000	d
22,5	0,080333	b	4,583333	d

Médias seguidas por letras distintas diferem entre si ao nível de significância indicado.

Como pode ser observado através das análises de variâncias apenas o tratamento com temperatura de 90°C causou redução significativa no número de esporos viáveis, no tempo ensaiado.

5.2.3. Análise termobacteriológica.

Na Fig 11 e Tabela 7 observa-se que não houve redução da viabilidade do Bt, até 22,5 horas de secagem a temperatura de 50 °C.

Na Fig 12 e Tabela 8, relativas a secagem a 70 °C, durante 22,5 horas, o mesmo fato pode ser observado, isto é, não houve decréscimo na viabilidade do Bt.

Na Fig 13 e Tabela 9, relativas a secagem a 90 °C, apresentam redução de viabilidade do Bt a partir de 5,5 horas quando analisada a variável transformada N e a partir de 13,5 horas para a variável log N.

5.2.3.1. Cálculo do valor D.

5.2.3.1.1. Cálculo do valor D a 50°C.

$$\text{regressão} = 8,352099 - 0,0264785 * \text{tempo}$$

$$R^2 = 34,77\%$$

$$D = 37,77 \text{ horas}$$

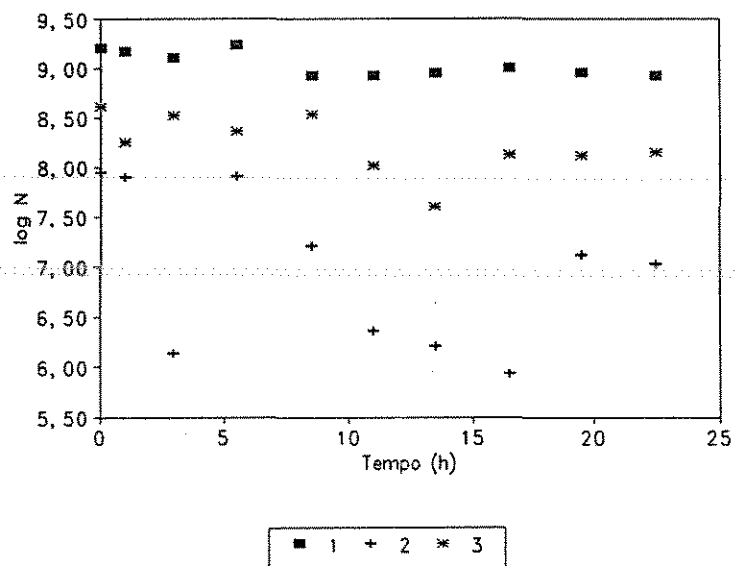


Figura 11. Curva de sobreviventes, à 50°C em secador convencional.

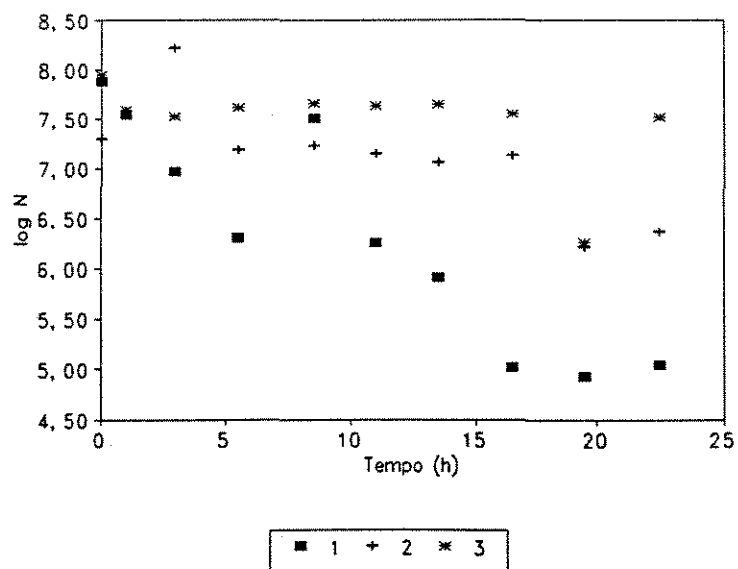


Figura 12. Curva de sobreviventes, à 70°C em secador convencional.

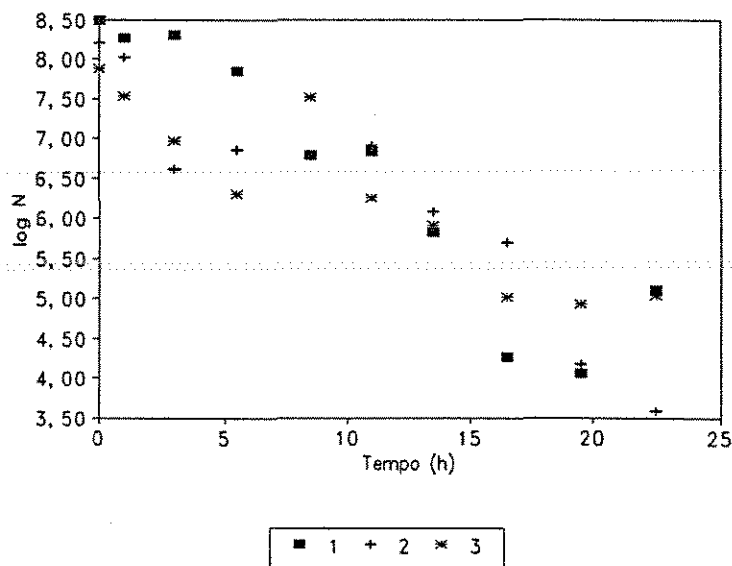


Figura 13. Curva de sobreviventes, à 90°C em secador convencional.

5.2.3.1.2. Cálculo do valor D a 70°C.

$$\text{regressão} = 7,847931 - 0,0350096 * \text{tempo}$$

$$R^2 = 72,08\%$$

$$D = 28,56 \text{ horas}$$

5.2.3.1.3. Cálculo do valor D a 90°C.

$$\text{regressão} = 8,132425 - 0,1706361 * \text{tempo}$$

$$R^2 = 95,25\%$$

$$D = 5,86 \text{ horas}$$

5.2.3.2. Cálculo do valor z.

Para o estimativa do valor de z são usados os valores **D** experimentais, porém como nas regressões a 50 e 70 °C o R^2 , não foi maior que 93%, este valor não pode ser estimado.

5.2.4. Curva de secagem.

Com os dados experimentais foram obtidas as curvas de umidade do produto contra o tempo de secagem. Essas curvas podem ser observadas nas Fig 14, 15 e 16, as quais apresentam o comportamento esperado.

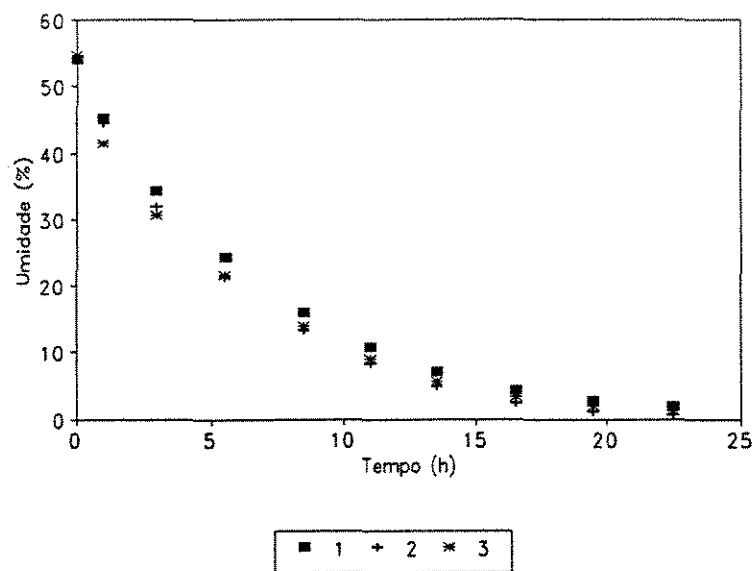


Figura 14. Curva de umidade do produto, durante secagem convencional à 50°C.

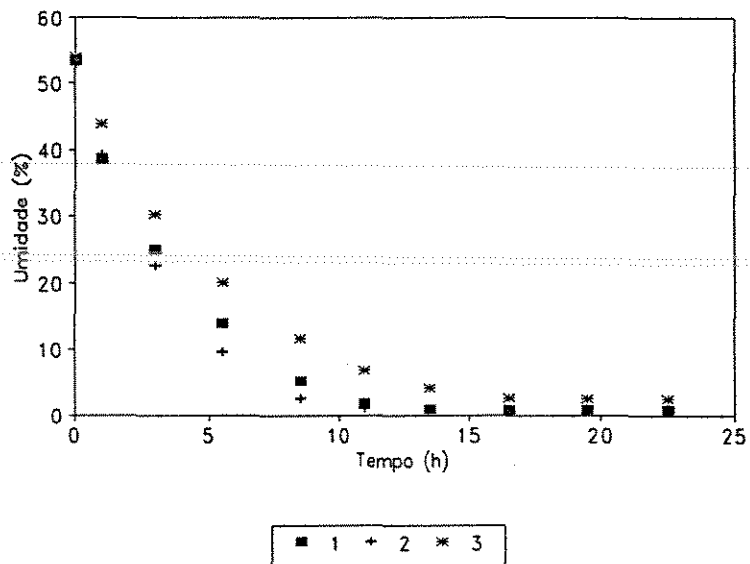


Figura 15. Curva de umidade do produto durante secagem convencional à 70°C.

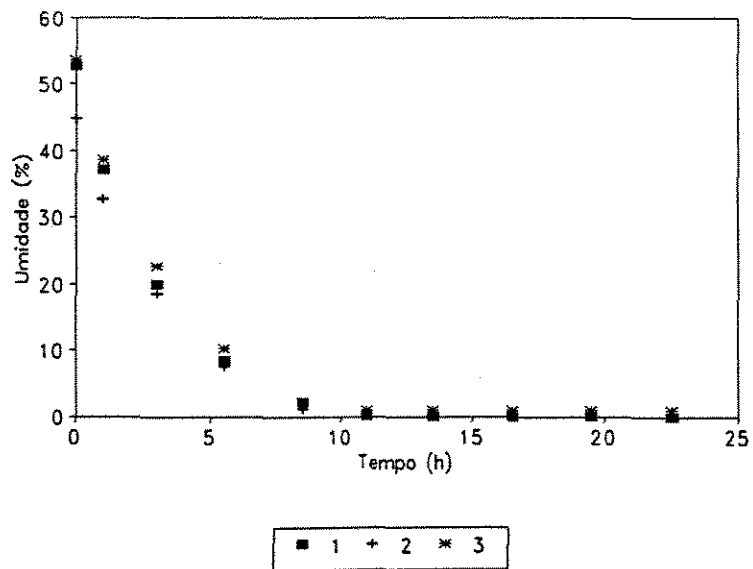


Figura 16. Curva de umidade do produto durante secagem convencional à 90°C.

5.2.4.1. Cálculo de h.

Para o cálculo de h foram usadas as equações 1, 2 e 3 citadas por McADAMS,1954.

$$X = \left(\frac{L^3 * \rho^2 * g * \beta * \Delta t}{\mu^2} \right) * \left(\frac{Cp * \mu}{K} \right) \quad (1)$$

Para $10^9 \leq X \leq 10^{12}$ tem-se:

$$h = 0,19 * \Delta t^{1/3} \quad (2)$$

Para $10^9 \leq X \leq 10^4$ tem-se:

$$h = 0,29 * \left(\frac{\Delta t}{L} \right)^{0,25} \quad (3)$$

As propriedades do ar seco (à pressão de 1 atm), GASPARETTO³, são encontrados na Tabela 10.

Tabela 10. Propriedades do ar seco (à pressão de 1 atm), nas temperaturas de 50, 70 e 90 °C.

Temp (°C)	ρ Kg/m ³	c_p Kcal/Kg*°C	k Kcal/m*h*°C	$\mu*10^{-3}$ Kg/m*s	$\beta*10^3$ 1/°C
50	1,0931	0,2405	0,0239	19,5805	3,10
70	1,0297	0,241	0,0251	20,483	2,92
90	0,9728	0,241	0,02635	21,3755	2,76

Os valores de X e de h para cada temperatura encontram-se na Tabela 11.

Tabela 11. Valores de X e h.

Temperatura (°C)	X	h (Kcal/h*m ² *°C)
50	58297,64	5,765
70	80002,33	6,693
90	88986,84	7,329

³ GASPARETTO, C.A. Anotações de aula. Disciplina de Fenômenos de Transporte. Faculdade de Engenharia de Alimentos. UNICAMP. 1992.

5.2.4.2. Cálculo dos parâmetros j e f .

Para o cálculo dos parâmetros j e f foi levada em consideração a quantidade de água e de argila que havia no produto em cada tempo de secagem. Portanto houve necessidade de obter as propriedades da água e da argila. Na Tabela 12 encontram-se os valores utilizados.

Tabela 12. Propriedades da água e da argila em diferentes temperaturas.

Temperatura °C	α		k (Kcal*m/h*m ² *°C)	
	água(m ² /h) ¹	argila(m ² /s) ²	água ¹	argila ¹
50	0,559	0,18*10 ⁻⁶	0,0432	0,00916
70	0,580	0,18*10 ⁻⁶	0,0439	0,00958
90	0,599	0,18*10 ⁻⁶	0,0447	0,00100

¹ LILEY et al, 1984.

² BERA et al, 1987

Essas propriedades foram utilizadas para o cálculo de N_{Bi} . Com o valor de N_{Bi} , podem ser estimados os valores de j e f através das curvas apresentadas em Pflug et al apud YOKOYA, HAYAKAWA (1972), anexo 3, os valores encontrados estão nas Tabelas 13, 14 e 15.

Tabela 13. Valores de j e f , em cada tempo de secagem à temperatura de 50°C.

tempo (h)	umidade (%)	N_{Bi}	j	f (h)
0	54,08	0,1746	1,01	1,7120
1	44,53	0,1973	1,02	1,6539
3	31,97	0,2368	1,02	1,5658
5,5	21,24	0,2862	1,02	1,4620
8,5	13,28	0,3406	1,03	1,3732
11	8,24	0,3902	1,03	1,2907
13,5	4,93	0,44339	1,03	1,2206
16,5	2,41	0,4757	1,04	1,1554
19,5	1,11	0,5018	1,04	1,1152
22,5	0,73	0,5120	1,04	1,0996

Tabela 14. Valores de j e f , em cada tempo de secagem à temperatura de 70°C.

tempo (h)	umidade (%)	N_{Bi}	j	f (h)
0	53,53	0,1989	1,03	1,6429
1	38,44	0,2414	1,03	1,5531
3	24,98	0,3043	1,04	1,4366
5,5	13,86	0,3906	1,04	1,2923
8,5	5,30	0,4896	1,05	1,1372
11	1,87	0,5414	1,05	1,0586
13,5	0,88	0,5580	1,06	1,0336
16,5	0,83	0,5589	1,06	1,0323
19,5	0,81	0,5596	1,06	1,0312
22,5	0,80	0,5596	1,06	1,0312

Tabela 15. Valores de j e f, em cada tempo de secagem à temperatura de

90°C.

tempo (h)	umidade (%)	N_{Bi}	j	f (h)
0	52,67	0,2161	1,02	1,6063
1	37,02	0,2674	1,03	1,4281
3	19,97	0,3608	1,03	1,3311
5,5	8,44	0,4723	1,04	1,2419
8,5	2,10	0,5692	1,04	1,1587
11	0,14	0,6076	1,04	1,0798
13,5	0,05	0,6095	1,05	1,0026
16,5	0,03	0,6099	1,05	0,9255
19,5	0,01	0,6103	1,06	0,8483
22,5	0,00	0,6106	1,06	0,7712

Para a construção da curva de penetração de calor, foi necessário calcular a variação da temperatura do produto com o tempo, para isso utilizou-se a equação 4 , apresentada por SPAGNOL et al, 1989.

$$\frac{T_c - T_r}{T_i - T_r} = j * \exp\left(-\frac{1}{f} * \theta\right) \quad (4)$$

Substituindo-se os valores na equação 4, tem-se os perfis de temperaturas, que se encontram na Tabela 16 e Fig 17.

Tabela 16. Perfil de temperaturas em secagem convencional.

tempo (h)	T=50°C (°C)	T=70°C (°C)	T=90°C (°C)
0	25,00	25,00	25,00
1	36,13	45,65	56,92
3	46,02	63,73	82,42
5,5	49,20	69,06	88,95
8,5	49,90	69,93	89,92
11	49,98	69,99	89,99
13,5	50,00	70,00	90,00
16,5	50,00	70,00	90,00
19,5	50,00	70,00	90,00
22,5	50,00	70,00	90,00

5.2.5. Penetração de calor e viabilidade de esporos durante a secagem.

Cruzando as informações obtidas com a análise termobacteriológica e a penetração de calor, tem-se as Fig 18, 19 e 20.

Observa-se que a 50°C não se apresenta tendência de redução de viabilidade dos esporos o que é confirmado pelo valor D a esta temperatura que foi de 37,77 h.

Para a temperatura de secagem a 70°C, também não foi notado o declínio da viabilidade dos esporos e o valor D foi de 28,56 h.

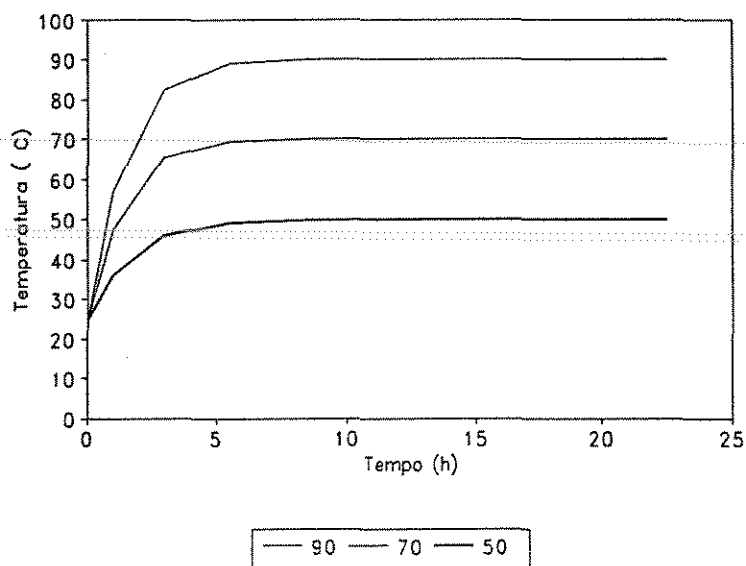


Figura 17. Curvas de penetração de calor em secagem convencional às temperaturas de 50, 70 e 90°C.

Porém, para a temperatura de secagem a 90°C, pode ser notado a diminuição de colônias de esporos viáveis, confirmado pelo valor D encontrado de 5,86 h.

5.2.6. Cálculo da difusividade efetiva.

Utilizando valores médios das curvas de secagem a 50, 70 e 90 °C, foi aplicado o método de regressão não linear ao modelo difusional baseado na geometria inicial da amostra. O melhor ajuste foi obtido com sete termos da série, cujos valores de desvio padrão assintótico (DPA) foram os mais baixos.

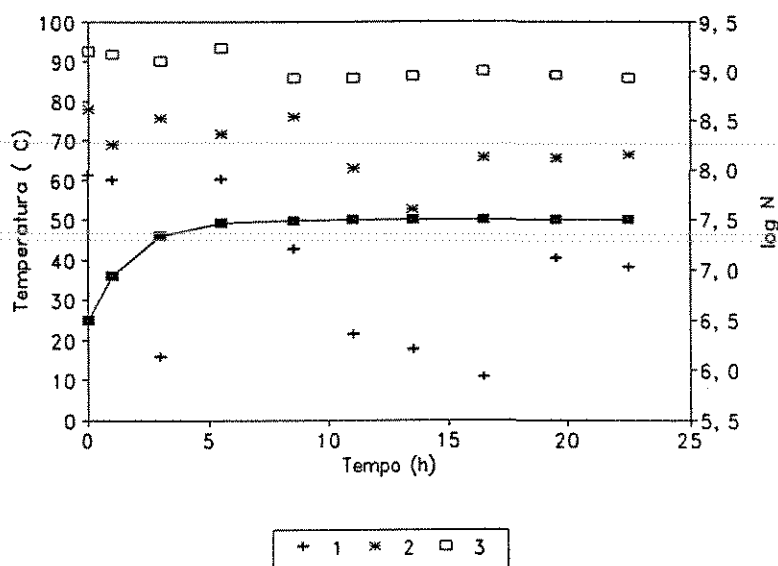


Figura 18. Penetração de calor e log do número de colônias de esporos viáveis durante secagem à 50°C.

Para o termo adimensional $(X-X_0)$, que considera a amostra completamente seca ($X_e=0$), os resultados obtidos foram:

Temperatura	difusividade	DPA	erro
°C	(10^{11} m ² /s)		%
50	1,5747	3,6482	231,68
70	4,5685	6,6675	145,95
90	5,4650	7,8174	143,04

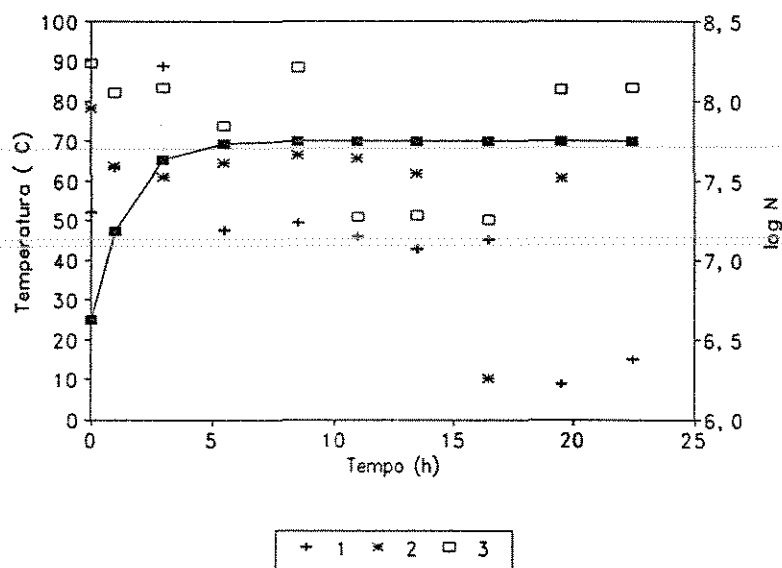


Figura 19. Penetração de calor e log do número de colônias de esporos viáveis durante secagem à 70°C.

Para o termo adimensional $(X-X_e)/(X_0-X_e)$ que considera a unidade de equilíbrio, os resultados obtidos foram:

temperatura	difusividade	DPA	erro
°C	(10^{11} m ² /s)		%
50	1,9022	4,1565	218,51
70	5,1549	7,4690	144,89
90	5,7176	8,1744	142,97

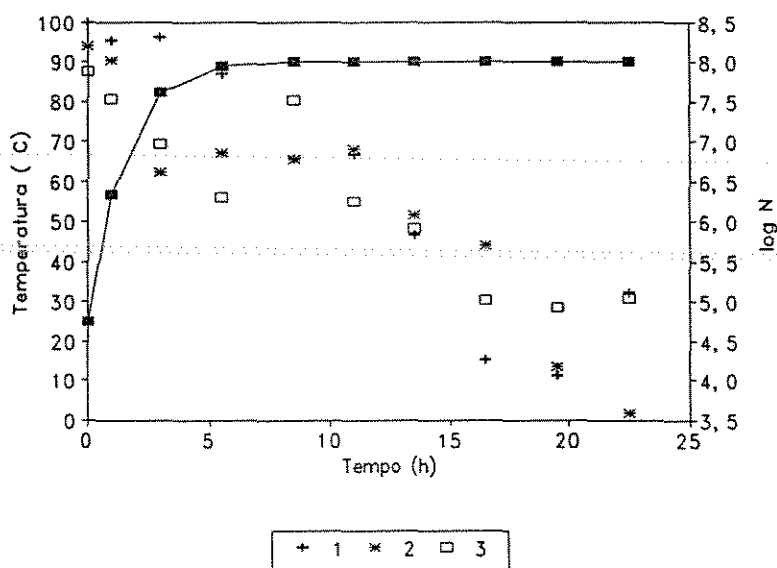


Figura 20. Penetração de calor e log do número de colônias de esporos viáveis durante secagem à 90°C.

Conforme resultados acima verificamos que o modelo difusional, que utiliza a 2ª Lei de Fick, não se ajusta às curvas de secagem deste material, provavelmente devido ao fenômeno do encolhimento. Este modelo admite a hipótese de não haver encolhimento do material durante o processo de secagem.

5.3. Liofilizador.

O material a ser liofilizado foi entregue à Fundação Tropical de Pesquisas e Tecnologia "André Tosello", para que fosse utilizada a metodologia do laboratório.

Sendo a função do laboratório a conservação de culturas, não há na rotina

laboratorial a preocupação com a quantificação da viabilidade do material e sim com a qualidade do mesmo para que não haja mutantes.

5.4. Comentários adicionais.

Analisando as curvas de secagem e curvas de temperatura contra viabilidade, pode-se perceber que as temperaturas de 50 e 70 °C não causam redução na viabilidade mesmo que esteja conjugada a baixa umidade do produto, para 50 °C a umidade de 0,73% e para 70 °C a umidade de 0,83%.

A diminuição da viabilidade demonstrada na Fig 20, inicia-se próxima a 6 h o que é confirmado pelo valor D calculado em 5,86 h, para 90 °C. A acentuada queda de viabilidade após 10 h de secagem demonstra que a baixa umidade aliada a 90 °C de temperatura exercem influência e merece futuros trabalhos para explorar este aspecto.

6. CONCLUSÕES

Apesar da literatura adotar N/No como variável e resposta aos tratamentos térmicos, no presente estudo essa variável não representou objetivamente o fenômeno.

A variável log N apresentou coeficientes de variação menores que a N transformada (N/1000000), tendo sido escolhida para as análises estatísticas.

A secagem por atomizador é factível e a viabilidade relativa a 120 °C esteve entre 41,82 e 80,12%, a 150 °C entre 30,38 e 66,71% e a 180 °C entre 23,21 e 30,03% .

O dano causado aos esporos na secagem em atomizador foi crescente com o aumento de temperatura, de 120 para 150 °C e 150 para 180 °C, dentro das condições do trabalho desenvolvido.

Os valores de D, para secagem em atomizador foram 9,49 s para 120 °C, 5,88s para 150 °C e 3,43 para 180 °C. Esses valores são importantes para o dimensionamento de atomizadores para secagem de produtos microbiológicos.

Para o atomizador estudado o valor z foi de 135,16 °C.

A viabilidade relativa para a secagem convencional foi praticamente idêntica a 50 e 70 °C e para 90 °C houve uma acentuada redução.

A redução da viabilidade durante as 22,5 h de secagem convencional foi observada somente a 90 °C.

A 50 °C e 70 °C não houve redução de viabilidade relativa, durante o período estudado.

O valor D para secagem convencional a 90 °C foi de 5,86 h.

Apesar do R^2 das regressões para cálculo de D a 50 °C e 70 °C não estarem dentro do intervalo de confiança, os resultados obtidos de 37,77 h e 28,50 h respectivamente, são coerentes com os resultados de viabilidade relativa encontrados.

Não foi possível estimar o valor z para secagem convencional do material em estudo.

As curvas de secagem e penetração de calor mostram que não há diminuição de viabilidade do material mesmo submetido as temperaturas de 50 e 70 °C e níveis de conteúdo de umidade de 0,73 e 0,83% respectivamente.

As curvas de penetração de calor e esporos viáveis, mostram a redução da viabilidade a partir de 6 h, confirmando o cálculo do valor de D para 90 °C em secagem convencional que foi de 5,86 h.

7. ANEXOS.

7.1. Anexo 1. Resultados e análise estatística da secagem por atonizador.

teste	temp (°C)	peso (g)	colonias	N	N/No	N/1000000	log N
1	120	0,1087	70	2559516,061	0,5613	2,559516061	6,408158
		0,1087	67	2449822,516	0,5372	2,449822516	6,389135
		0,1087	78	2852032,183	0,6254	2,852032183	6,455154
	150	0,1006	32	1264274,449	0,2773	1,264274449	6,101841
		0,1006	47	1856903,097	0,4072	1,856903097	6,268789
		0,1006	39	1540834,484	0,3379	1,540834484	6,187756
	180	0,1277	32	995975,016	0,2184	0,995975016	5,998248
		0,1277	30	933726,5775	0,2048	0,933726577	5,97022
		0,1277	40	1244968,77	0,2730	1,24496877	6,095158

teste	temp (°C)	peso (g)	colonias	N	N/No	N/1000000	log N
2	120	0,0546	90	3275738,57	0,4481	3,27573857	6,515309
		0,0546	78	2838973,427	0,3884	2,838973427	6,453161
		0,0546	84	3057355,999	0,4182	3,057355999	6,485346
	150	0,0537	58	2146411,939	0,2936	2,146411939	6,331713
		0,0537	48	1776340,915	0,2430	1,776340915	6,249526
		0,0537	74	2738525,578	0,3746	2,738525578	6,437517
	180	0,0518	51	1956589,794	0,2677	1,956589794	6,2915
		0,0518	52	1994954,3	0,2729	1,9949543	6,299933
		0,0518	43	1649673,748	0,2257	1,649673748	6,217398
3	120	0,101	219	8618111,414	0,8449	8,618111414	6,935412
		0,101	205	8067181,917	0,7909	8,067181917	6,906722
		0,101	199	7831069,275	0,7678	7,831069275	6,893821
	150	0,103	125	4823498,541	0,4729	4,823498541	6,683362
		0,103	202	7794773,643	0,7642	7,794773643	6,891804
		0,103	202	7794773,643	0,7642	7,794773643	6,891804
	180	0,1025	85	3295978,906	0,3231	3,295978906	6,517984
		0,1025	80	3102097,794	0,3041	3,102097794	6,491655
		0,1025	72	2791888,014	0,2737	2,791888014	6,445898

```

*****
#          SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA          #
#   Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado   #
#   SEAGRO - Faculdade de Eng. Agrícola - UNICAMP         #
#   ANALISE DA VARIÁVEL N ESP - ARQUIVO: ATOMIZA         #
*****

```

CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: REGINA O MORAES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: DBC

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR NOME

A BLOCO
B TEMP

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
BLOCO	2	95.4624404	47.7312202	43.5029	0.00001
TEMP	2	31.1921505	15.5960753	14.2145	0.00024
RESIDUO	22	24.1383334	1.0971970		
TOTAL	26	150.7929243			

MEDIA GERAL = 3.379695

COEFICIENTE DE VARIACAO = 30.993 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE BLOCO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	B3	9	6.013300	6.013300	a	A
2	2	B2	9	2.381585	2.381585	b	B
3	1	B1	9	1.744201	1.744201	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 1.24125 - D.M.S. 1% = 1.60438

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMP

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	T120	9	4.616698	4.616698	a	A
2	2	T150	9	3.526220	3.526220	a	AB
3	3	T180	9	1.996168	1.996168	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 1.24125 - D.M.S. 1% = 1.60438

```

*****
*          SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA          *
*   Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado   *
*          SEAGRO - Faculdade de Eng. Agricola - UNICAMP   *
*          ANALISE DA VARIAVEL LOG ESP - ARQUIVO: ATOMIZA   *
*****

```

CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSAVEL: REGINA D MORAES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: DBC

DBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR NOME

A BLOCO

B TEMP

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
BLOCO	2	1.3433813	0.6716907	95.7921	0.00001
TEMP	2	0.5407795	0.2703898	38.5612	0.00001
RESIDUO	22	0.1542632	0.0070120		
TOTAL	26	2.0384241			

MEDIA GERAL = 6.437545

COEFICIENTE DE VARIACAO = 1.301 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE BLOCO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	B3	9	6.739809	6.739809	a	A
2	2	B2	9	6.364568	6.364568	b	B
3	1	B1	9	6.208260	6.208260	c	C

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 0.09923 - D.M.S. 1% = 0.12826

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMP

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	T120	9	6.604680	6.604680	a	A
2	2	T150	9	6.449324	6.449324	b	B
3	3	T180	9	6.258633	6.258633	c	C

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 0.09923 - D.M.S. 1% = 0.12826

7.2. Anexo 2. Resultados e análise estatística em secagem convencional.

7.2.1. Resultados e análise estatística a 50 °C.

AMOSTRA: ROMC306073

TEMP.: 50 C AGUA I 1: 94,79
DATA: 06.07.93 AGUA I 2: 90,00P. REC1: 23,12 TOTAL1: 193,97 INICIO1: 170,85
P. REC2: 23,49 TOTAL2: 195,22 INICIO2: 171,73
FATOR 1: 3,28 FATOR2: 0,48

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	g/PO SECO			N/N0	LOG ESP/G
							MEDIA	CONTAGEM	CONT#UMID		
0,00	48,00	0,00	193,97	195,22	55,48	52,41	53,95	7,32E+08	1,59E+09	100,00	9,20
1,00	48,00	1,00	178,52	180,76	46,44	43,99	45,22	8,21E+08	1,50E+09	94,25	9,18
3,00	49,00	3,00	159,16	162,93	35,11	33,61	34,36	8,46E+08	1,29E+09	81,06	9,11
5,00	50,00	5,50	141,31	146,15	24,66	23,84	24,25	1,30E+09	1,72E+09	107,93	9,23
7,00	52,00	8,50	127,24	131,55	16,43	15,33	15,88	7,21E+08	8,57E+08	53,91	8,93
8,00	52,00	11,00	118,80	122,20	11,49	9,89	10,69	7,54E+08	8,44E+08	53,10	8,93
9,00	53,00	13,50	113,04	115,71	8,11	6,11	7,11	8,43E+08	9,08E+08	57,08	8,96
10,00	53,00	16,50	108,65	110,68	5,55	3,18	4,36	9,67E+08	1,01E+09	63,59	9,00
11,00	52,00	19,50	106,14	107,72	4,08	1,46	2,77	8,93E+08	9,18E+08	57,76	8,96
12,00	53,00	22,50	104,78	106,04	3,28	0,48	1,88	8,29E+08	8,45E+08	53,14	8,93

AMOSTRA: ROMC308073

TEMP.: 50 C AGUA I 1: 92,64
DATA: 08.07.93 AGUA I 2: 93,25P. REC1: 23,12 TOTAL1: 193,93 INICIO1: 170,81
P. REC2: 23,49 TOTAL2: 196,40 INICIO2: 172,91
FATOR 1: 0,79 FATOR2: 0,66

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	g/PO SECO			N/N0	LOG ESP/G
							MEDIA	CONTAGEM	CONT#UMID		
0,00	53,00	0,00	193,93	196,40	54,24	53,93	54,08	5,85E+07	9,01E+07	100,00	7,95
1,00	51,00	1,00	177,14	180,35	44,41	44,65	44,53	4,47E+07	8,06E+07	89,43	7,91
3,00	51,00	3,00	154,66	159,69	31,24	32,70	31,97	9,23E+05	1,36E+06	1,51	6,13
5,00	49,00	5,50	135,56	141,90	20,06	22,41	21,24	6,49E+07	8,24E+07	91,45	7,92
7,00	51,00	8,50	121,83	128,28	12,02	14,53	13,28	1,40E+07	1,61E+07	17,92	7,21
8,00	51,00	11,00	113,80	119,17	7,32	9,27	8,29	2,10E+06	2,29E+06	2,54	6,36
9,00	51,00	13,50	108,52	112,87	4,23	5,62	4,93	1,54E+06	1,62E+06	1,80	6,21
10,00	51,00	16,50	104,80	107,93	2,05	2,77	2,41	8,33E+05	8,54E+05	0,95	5,93
11,00	51,00	19,50	103,00	105,26	1,00	1,22	1,11	1,31E+07	1,32E+07	14,70	7,12
12,00	51,00	22,50	102,64	104,29	0,79	0,66	0,73	1,07E+07	1,08E+07	11,96	7,03

AMOSTRA: RDMCS10073

TEMP.: 50 C

AGUA I 1: 93,35

DATA: 13.07.93

AGUA I 2: 95,81

P. REC1: 23,12

TOTAL1: 196,32

INICIO1: 173,20

P. REC2: 23,49

TOTAL2: 195,82

INICIO2: 172,33

FATOR 1: 0,69

FATOR2: 1,84

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	MEDIA	CONTAGEM	CONT*UMID	N/NO	LOG ESP/G
0,00	53,00	0,00	196,32	195,82	53,90	55,60	54,75	1,28E+08	4,15E+08	100,00	8,62
1,00	47,00	1,00	173,15	173,23	40,45	42,49	41,47	1,07E+08	1,83E+08	44,05	8,26
3,00	48,00	3,00	154,34	154,76	29,54	31,78	30,66	2,34E+08	3,37E+08	81,32	8,53
5,00	49,00	5,50	139,44	138,58	20,89	22,38	21,64	1,80E+08	2,30E+08	55,35	8,36
7,00	50,00	8,50	126,54	124,62	13,40	14,28	13,84	3,03E+08	3,52E+08	84,74	8,55
8,00	50,00	11,00	118,32	115,93	8,63	9,24	8,94	9,42E+07	1,03E+08	24,93	8,01
9,00	51,00	13,50	112,53	110,25	5,27	5,94	5,61	3,80E+07	4,03E+07	9,70	7,60
10,00	51,00	16,50	108,41	106,26	2,88	3,63	3,26	1,31E+08	1,35E+08	32,63	8,13
11,00	51,00	19,50	105,96	104,13	1,46	2,39	1,93	1,30E+08	1,33E+08	31,94	8,12
12,00	51,00	22,50	104,63	103,18	0,69	1,84	1,27	1,42E+08	1,44E+08	34,66	8,16


```

*****
*           SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA           *
*   Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado   *
*           SEASRD - Faculdade de Eng. Agricola - UNICAMP   *
*           ANALISE DA VARIAVEL LOG ESP - ARQUIVO: CONVEC50   *
*****

```

CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSAVEL: REGINA D MORAES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: DBC

OBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR	NOME
A	BLOCO
B	TEMPO

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALDR F	PROB.>F
BLOCO	2	21.6762872	10.8381436	61.2623	0.00001
TEMPO	9	3.3534124	0.3726014	2.1061	0.08528
RESIDUO	18	3.1844464	0.1769137		
TOTAL	29	28.2141461			

MEDIA GERAL = 8.084666

COEFICIENTE DE VARIACAO = 5.203 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE BLOCO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	B1	10	9.043000	9.043000	a	A
2	3	B3	10	8.234000	8.234000	b	B
3	2	B2	10	6.977000	6.977000	c	C

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AD NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 0.48016 - D.M.S. 1% = 0.62514

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	T0	3	8.590000	8.590000	a	A
2	4	T3	3	8.503333	8.503333	a	A
3	2	T1	3	8.450000	8.450000	a	A
4	5	T4	3	8.230000	8.230000	a	A
5	9	T8	3	8.066667	8.066667	a	A
6	10	T9	3	8.040000	8.040000	a	A
7	3	T2	3	7.923333	7.923333	a	A
8	6	T5	3	7.766667	7.766667	a	A
9	8	T7	3	7.686667	7.686667	a	A
10	7	T6	3	7.590000	7.590000	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AD NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 1.23120 - D.M.S. 1% = 1.50561

```

*****
*           SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA           *
*   Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado   *
*           SEAGRO - Faculdade de Eng. Agricola - UNICAMP   *
*           ANALISE DA VARIAVEL N.ESP. - ARQUIVO: CONVEC50   *
*****

```

CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSAVEL: REGINA D MORAES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: DBC

OBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR NOME

A BLOCO

B TEMPO

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	S.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
BLOCO	2	7216659.3480123	3608329.6740061	108.8536	0.00001
TEMPO	9	610492.8892118	67832.5432458	2.0463	0.09363
RESIDUO	18	596672.4881176	33148.4715621		
TOTAL	29	8423824.7253416			

MEDIA GERAL = 461.609310

COEFICIENTE DE VARIACAO = 39.442 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE BLOCO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	B1	10	1147.633984	1147.633984	a	A
2	3	B3	10	207.257000	207.257000	b	B
3	2	B2	10	29.937000	29.937000	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 207.84470 - D.M.S. 1% = 270.60113

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	T0	3	698.336657	698.336657	a	A
2	4	T3	3	676.083341	676.083341	a	A
3	2	T1	3	587.329992	587.329992	a	A
4	3	T2	3	542.546646	542.546646	a	A
5	5	T4	3	408.309992	408.309992	a	A
6	8	T7	3	382.460000	382.460000	a	A
7	9	T8	3	354.736659	354.736659	a	A
8	10	T9	3	333.160004	333.160004	a	A
9	6	T5	3	316.653328	316.653328	a	A
10	7	T6	3	316.476662	316.476662	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 532.94094 - D.M.S. 1% = 651.72265

7.2.2. Resultados e análise estatística a 70 °C.

AMOSTRA: ROMC204063

TEMP.: 70 C AGUA I 1: 86,00
 DATA: 04.06.93 AGUA I 2: 85,26

P. REC1: 22,83 TOTAL1: 184,17 INICIO1: 161,34
 P. REC2: 23,35 TOTAL2: 181,97 INICIO2: 158,62
 FATOR 1: 0,49 FATOR2: 1,12

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	g/PO SECO		N/NO	LOG ESP/G	
							MEDIA	CONTAGEM			
0,00	68,00	0,00	184,17	181,97	53,30	53,75	53,53	9,30E+06	2,00E+07	100,00	7,30
1,00	68,00	1,00	158,68	159,16	37,50	39,37	38,44	2,36E+07	3,83E+07	191,67	7,58
3,00	68,00	3,00	137,70	137,10	24,50	25,46	24,98	1,24E+08	1,65E+08	826,45	8,22
5,00	70,00	5,50	120,83	118,40	14,04	13,67	13,86	1,34E+07	1,56E+07	77,78	7,19
7,00	73,00	8,50	106,79	105,06	5,34	5,26	5,30	1,63E+07	1,72E+07	86,06	7,24
8,00	72,00	11,00	100,84	100,03	1,65	2,09	1,87	1,39E+07	1,42E+07	70,83	7,15
9,00	72,00	13,50	99,08	98,61	0,56	1,20	0,88	1,16E+07	1,17E+07	58,51	7,07
10,00	72,00	16,50	99,00	98,54	0,51	1,15	0,83	1,34E+07	1,35E+07	67,56	7,13
11,00	72,00	19,50	98,98	98,48	0,50	1,12	0,81	1,65E+06	1,66E+06	8,32	6,22
12,00	72,00	22,50	98,97	98,48	0,49	1,12	0,80	2,35E+06	2,37E+06	11,85	6,37

AMOSTRA: ROMC224063

TEMP.: 70 C AGUA I 1: 91,04
 DATA: 24.06.93 AGUA I 2: 86,58

P. REC1: 22,97 TOTAL1: 194,51 INICIO1: 171,54
 P. REC2: 23,50 TOTAL2: 188,34 INICIO2: 164,84
 FATOR 1: 1,02 FATOR2: 0,75

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	g/PO SECO		N/NO	LOG ESP/G	
							MEDIA	CONTAGEM			
0,00	74,00	0,00	194,51	188,34	53,07	52,52	52,80	4,29E+07	9,09E+07	100,00	7,96
1,00	75,00	1,00	169,66	167,40	38,59	39,82	39,20	2,39E+07	3,93E+07	43,25	7,59
3,00	75,00	3,00	140,48	140,91	21,57	23,75	22,66	2,61E+07	3,37E+07	37,13	7,53
5,00	77,00	5,50	118,36	119,23	8,68	10,60	9,64	3,73E+07	4,13E+07	45,41	7,62
7,00	71,00	8,50	107,28	106,54	2,22	2,90	2,56	4,52E+07	4,64E+07	51,03	7,67
8,00	71,00	11,00	105,35	103,24	1,10	0,90	1,00	0,00E+00	4,38E+07	48,18	7,64
9,00	71,00	13,50	105,28	103,02	1,05	0,76	0,91	4,38E+07	4,42E+07	48,63	7,65
10,00	71,00	16,50	105,28	103,02	1,05	0,76	0,91	3,51E+07	3,54E+07	38,97	7,55
11,00	71,00	19,50	105,22	103,00	1,02	0,75	0,89	1,79E+06	1,81E+06	1,99	6,26
12,00	71,00	22,50	105,22	103,00	1,02	0,75	0,89	3,26E+07	3,29E+07	36,18	7,52

AMOSTRA: ROMC229063

TEMP.: 70 C

AGUA I 1: 93,93

DATA: 29.06.93

AGUA I 2: 92,26

F. REC1: 23,12 TOTAL1: 195,80 INICIO1: 172,68

P. REC2: 23,49 TOTAL2: 195,32 INICIO2: 171,83

FATOR 1: 2,35 FATOR2: 1,70

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	MEDIA	g/PO SECO		N/NO	LOG ESP/6
								CONTAGEM	CONT#UMID		
0,00	75,00	0,00	195,80	195,32	54,39	53,69	54,04	7,85E+07	1,71E+08	100,00	8,23
1,00	71,00	1,00	174,60	176,73	42,12	45,48	43,80	6,32E+07	1,12E+08	65,76	8,05
3,00	73,00	3,00	151,28	154,47	28,61	31,97	30,29	8,44E+07	1,21E+08	70,81	8,08
5,00	72,00	5,50	133,29	137,74	18,19	21,82	20,01	5,59E+07	6,99E+07	40,87	7,84
7,00	72,00	8,50	119,38	123,46	10,14	13,16	11,65	1,43E+08	1,62E+08	94,65	8,21
8,00	73,00	11,00	112,00	114,78	5,87	7,90	6,88	1,74E+07	1,87E+07	10,93	7,27
9,00	72,00	13,50	108,15	109,40	3,64	4,63	4,13	1,82E+07	1,90E+07	11,10	7,28
10,00	73,00	16,50	106,21	106,60	2,51	2,93	2,72	1,74E+07	1,79E+07	10,46	7,25
11,00	73,00	19,50	105,96	105,99	2,37	2,56	2,47	1,16E+08	1,19E+08	69,55	8,08
12,00	73,00	22,50	105,93	105,98	2,35	2,56	2,45	1,18E+08	1,21E+08	70,74	8,08

```

*****
*           SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA           *
*   Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado   *
*           SEAGRO - Faculdade de Eng. Agricola - UNICAMP   *
*           ANALISE DA VARIÁVEL LOG ESP - ARQUIVO: CONVEC70   *
*****

```

.....
CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSÁVEL: REGINA D MORAES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: DBC

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR NOME

A BLOCO

B TEMPO

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
BLOCO	2	2.3808264	1.1904132	6.3910	0.00809
TEMPO	9	2.8281369	0.3142374	1.6870	0.16478
RESIDUO	18	3.3527731	0.1862652		
TOTAL	29	8.5617364			

MEDIA GERAL = 7.494333

COEFICIENTE DE VARIACAO = 5.759 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE BLOCO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	B3	10	7,837000	7,837000	a	A
2	2	B2	10	7,499000	7,499000	ab	AB
3	1	B1	10	7,147000	7,147000	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 0,49269 - D.M.S. 1% = 0,64145

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	T2	3	7,943333	7,943333	a	A
2	1	T0	3	7,830000	7,830000	a	A
3	2	T1	3	7,740000	7,740000	a	A
4	5	T4	3	7,706667	7,706667	a	A
5	4	T3	3	7,550000	7,550000	a	A
6	6	T5	3	7,353333	7,353333	a	A
7	7	T6	3	7,333333	7,333333	a	A
8	10	T9	3	7,323333	7,323333	a	A
9	8	T7	3	7,310000	7,310000	a	A
10	9	T8	3	6,853333	6,853333	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 1,26332 - D.M.S. 1% = 1,54489


```

#####
#          SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA          #
#   Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado   #
#          SEAGRO - Faculdade de Eng. Agricola - UNICAMP   #
#          ANALISE DA VARIAVEL N ESP - ARQUIVO: CONVEC70    #
#####

```

CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSAVEL: REGINA D MORAES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: DBC

OBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

```

-----
FATOR   NOME
-----
A       BLOCO
B       TEMPO
-----

```

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
BLOCO	2	22776.2066690	11388.1033345	6.3126	0.00845
TEMPO	9	23615.0119032	2623.8902115	1.4545	0.23763
RESIDUO	18	32472.5085971	1804.0202554		
TOTAL	29	78863.7271692			

MEDIA GERAL = 54.709332

COEFICIENTE DE VARIACAO = 77.635 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE BLOCO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	B3	10	93.154000	93.154000	a	A
2	2	B2	10	40.993000	40.993000	b	AB
3	1	B1	10	29.980999	29.980999	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 48.48740 - D.M.S. 1% = 63.12764

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	T2	3	106.706665	106.706665	a	A
2	1	T0	3	93.899998	93.899998	a	A
3	5	T4	3	75.153333	75.153333	a	A
4	2	T1	3	63.363333	63.363333	a	A
5	10	T9	3	52.076667	52.076667	a	A
6	4	T3	3	42.239999	42.239999	a	A
7	9	T8	3	40.800000	40.800000	a	A
8	6	T5	3	25.620000	25.620000	a	A
9	7	T6	3	24.960000	24.960000	a	A
10	8	T7	3	22.273333	22.273333	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 124.32801 - D.M.S. 1% = 152.03820

7.2.3. Resultados e análise estatística a 90 °C.

AMOSTRA: RDMC116093

TEMP.: 90 C . AGUA I 1: 91,66

DATA: 16.09.93 AGUA I 2: 90,15

P. REC1: 23,15 TOTAL1: 197,09 INICIO1: 173,94

P. REC2: 23,60 TOTAL2: 194,87 INICIO2: 171,27

FATOR1: FATOR2:

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	MEDIA	CONTAGEM	g/PO SECO	
									CONTUMID	N/NO
0,00	90,00	0,00	197,09	194,87	52,70	52,64	52,67	1,49E+08	3,15E+08	100,00
1,00	94,00	1,00	169,85	168,11	37,04	37,01	37,02	1,18E+08	1,87E+08	59,48
3,00	93,00	3,00	140,36	138,72	20,08	19,85	19,97	1,63E+08	2,04E+08	64,66
5,00	93,00	5,50	120,23	119,07	8,51	8,38	8,44	6,43E+07	7,02E+07	22,30
7,00	94,00	8,50	109,09	108,30	2,10	2,09	2,10	6,01E+06	6,14E+06	1,95
8,00	92,00	11,00	105,65	104,99	0,13	0,16	0,14	6,89E+06	6,90E+06	2,19
9,00	90,00	13,50	105,50	104,82	0,04	0,06	0,05	6,67E+05	6,67E+05	0,21
10,00	92,00	16,50	105,48	104,78	0,03	0,04	0,03	1,81E+04	1,81E+04	0,01
11,00	89,00	19,50	105,46	104,74	0,02	0,01	0,01	1,15E+04	1,15E+04	0,00
12,00	90,00	22,50	105,43	104,72	0,00	0,00	0,00	1,29E+05	1,29E+05	0,04

AMOSTRA: RDMC120053

TEMP.: 90 C AGUA I 1: 77,04

DATA: 20.05.93 AGUA I 2: 78,58

P. REC1: 22,83 TOTAL1: 195,09 INICIO1: 172,26

P. REC2: 23,39 TOTAL2: 199,35 INICIO2: 175,96

FATOR1: FATOR2:

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	MEDIA	CONTAGEM	g/PO SECO	
									CONTUMID	N/NO
0,00	87,00	0,00	195,09	199,35	44,72	44,89	44,80	8,80E+07	1,59E+08	100,00
1,00	86,00	1,00	174,07	178,20	32,52	32,87	32,69	6,98E+07	1,04E+08	65,22
3,00	88,00	3,00	150,06	152,75	18,58	18,40	18,49	3,33E+06	4,09E+06	2,57
5,00	88,00	5,50	131,13	133,20	7,59	7,29	7,44	6,67E+06	7,21E+06	4,53
7,00	90,00	8,50	120,11	122,51	1,20	1,22	1,21	5,88E+06	5,95E+06	3,74
8,00	67,00	11,00	118,48	120,85	0,25	0,27	0,26	8,13E+06	8,15E+06	5,13
9,00	90,00	13,50	118,15	120,47	0,06	0,06	0,06	1,20E+06	1,20E+06	0,76
10,00	94,00	16,50	118,09	120,39	0,02	0,01	0,02	5,03E+05	5,03E+05	0,32
11,00	94,00	19,50	118,07	120,38	0,01	0,01	0,01	1,50E+04	1,50E+04	0,01
12,00	90,00	22,50	118,05	120,37	0,00	0,00	0,00	3,89E+03	3,89E+03	0,00

AMOSTRA: ROMC101063

TEMP.: 90 C

AGUA 1: 88,76

DATA: 01.06.93

AGUA 2: 87,70

P. REC1: 22,83

TOTAL1: 189,81

INICIO1: 166,98

P. REC2: 23,39

TOTAL2: 185,52

INICIO2: 162,13

FATOR1: 0,41

FATOR2: 1,31

AMOSTRA	TEMP	N. HORAS	R1	R2	UMID 1	UMID 2	MEDIA	CONTAGEM	CONT/UMID	K/NO	LOG ESP/G
0,00	84,00	0,00	189,81	185,52	53,16	54,09	53,63	3,50E+07	7,55E+07	100,00	7,88
1,00	84,00	1,00	163,75	162,04	37,55	39,61	38,58	2,13E+07	3,47E+07	45,93	7,54
3,00	80,00	3,00	136,60	136,55	21,29	23,89	22,59	7,20E+07	9,30E+06	12,32	6,97
5,00	87,00	5,50	117,09	115,62	9,61	10,98	10,29	1,80E+06	2,01E+06	2,66	6,30
7,00	90,00	8,50	104,59	101,68	2,12	2,38	2,25	3,18E+07	3,25E+07	43,09	7,51
8,00	90,00	11,00	101,87	100,00	0,49	1,35	0,92	1,78E+06	1,80E+06	2,38	6,25
9,00	90,00	13,50	101,76	99,98	0,43	1,33	0,88	8,05E+05	8,12E+05	1,08	5,91
10,00	90,00	16,50	101,75	99,95	0,42	1,31	0,87	1,03E+05	1,04E+05	0,14	5,02
11,00	90,00	19,50	101,74	99,94	0,41	1,31	0,86	8,35E+04	8,43E+04	0,11	4,93
12,00	90,00	22,50	101,74	99,94	0,41	1,31	0,86	1,10E+05	1,11E+05	0,15	5,05

```

*****
*          SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA          *
*  Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado  *
*          SEAGRO - Faculdade de Eng. Agricola - UNICAMP  *
*          ANALISE DA VARIAVEL LOG ESP - ARQUIVO: CONVEC  *
*****

```

CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSAVEL: REGINA D MORAES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: DBC

OBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR NOME

A BLOCO
B TEMPO

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	S.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
BLOCO	2	0.4471406	0.2235703	0.6168	0.55505
TEMPO	9	50.8420723	5.6491191	15.5855	0.00001
RESIDUO	18	6.5242598	0.3624589		
TOTAL	29	57.8134727			

MEDIA GERAL = 6.409000

COEFICIENTE DE VARIACAO = 9.394 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE BLOCO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	B1	10	6.581000	6.581000	a	A
2	3	B3	10	6.336000	6.336000	a	A
3	2	B2	10	6.310000	6.310000	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 0.68728 - D.M.S. 1% = 0.89460

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	T0	3	8.193333	8.193333	a	A
2	2	T1	3	8.003333	8.003333	a	AB
3	3	T2	3	7.296667	7.296667	ab	AB
4	5	T4	3	7.023333	7.023333	ab	ABC
5	4	T3	3	7.003333	7.003333	ab	ABC
6	6	T5	3	6.666667	6.666667	abc	ABCD
7	7	T6	3	5.936667	5.936667	bcd	BCDE
8	8	T7	3	4.993333	4.993333	cd	CDE
9	10	T9	3	4.583333	4.583333	d	DE
10	9	T8	3	4.390000	4.390000	d	E

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 1.76229 - D.M.S. 1% = 2.15507

```

#####
#           SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA           #
#   Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado   #
#           SEAGRO - Faculdade de Eng. Agricola - UNICAMP   #
#           ANALISE DA VARIABEL N ESP - ARQUIVO: CONVEC     #
#####

```

CODIGO DO PROJETO: TESE

RESPONSAVEL: REGINA O MORAES

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: DBC

OBSERVACOES NAO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

 FATOR NOME

A BLOCO

B TEMPO

QUADRO DA ANALISE DE VARIANCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
BLOCO	2	22273.4639942	11136.7319971	4.1624	0.03190
TEMPO	9	103649.1804659	11516.5756073	4.3043	0.00438
RESIDUO	18	48160.5478572	2675.5859921		
TOTAL	29	174083.1923173			

MEDIA GERAL = 41.235699

COEFICIENTE DE VARIACAO = 125.440 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE BLOCO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	B1	10	78.993001	78.993001	a	A
2	2	B2	10	29.025099	29.025099	ab	A
3	3	B3	10	15.689000	15.689000	b	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 59.04956 - D.M.S. 1% = 76.87893

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPO

NUM.ORDEN	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	T0	3	183.230001	183.230001	a	A
2	2	T1	3	108.583331	108.583331	ab	A
3	3	T2	3	72.353333	72.353333	ab	A
4	4	T3	3	26.483334	26.483334	b	A
5	5	T4	3	14.873333	14.873333	b	A
6	6	T5	3	5.616667	5.616667	b	A
7	7	T6	3	0.893333	0.893333	b	A
8	8	T7	3	0.206667	0.206667	b	A
9	10	T9	3	0.080333	0.080333	b	A
10	9	T8	3	0.036667	0.036667	b	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO
 D.M.S. 5% = 151.41078 - D.M.S. 1% = 185.15716

7.3. Anexo 3. Curvas de $f \cdot \alpha / r^2$ versus N_{Bi} , curvas apresentadas por Pflug et al apud YOKOYA, HAYAKAWA (1972)

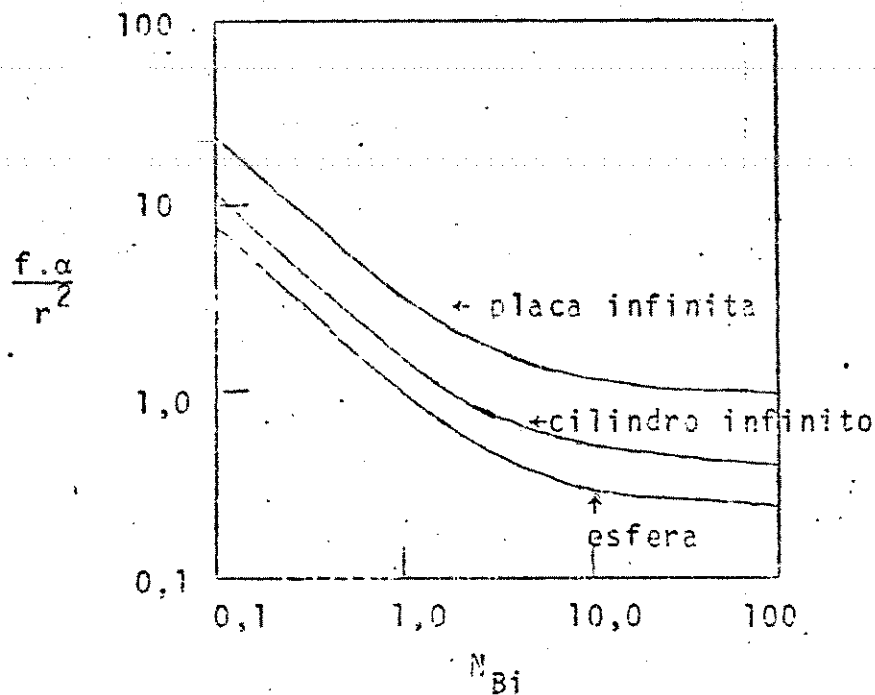


Figura 18: Curvas de $f \cdot \alpha / r^2$ versus N_{Bi}

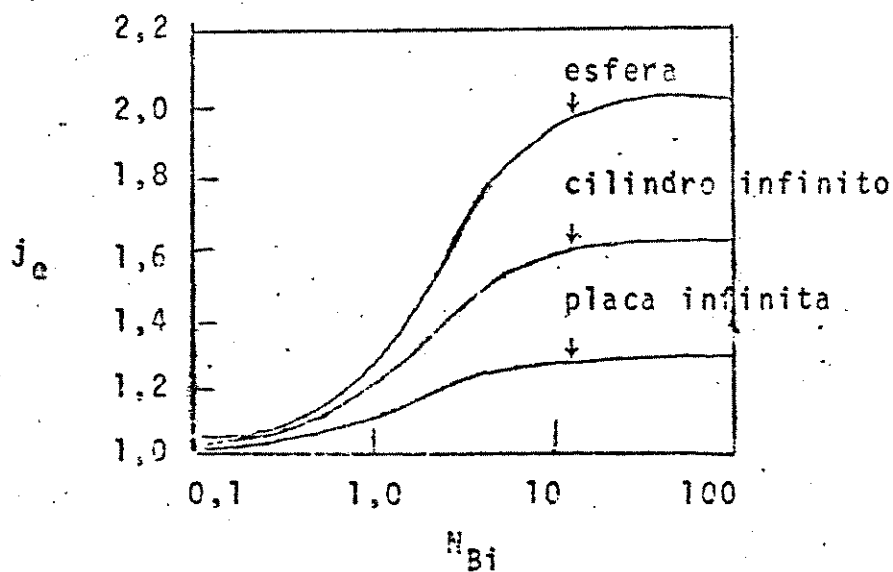


Figura 19: Curvas de j_e versus N_{Bi}

8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- BASSEN, M.K; GUPTA, L.K; JOLLY, L; TEWARI, R.P; **Thermal Resistance of *Bacillus cereus* spores in custard preparations.** MIRCEN-Journal of Applied Microbiology and Biotechnology. 1989. v. 5 p. 511-516.
- BLACHERE, H; CALVEZ, J; FERRON, P; CORRIEU, G; PERINGER, P. **Etude de la Formulation et de la Conservation d'une Preparation entomopathogene a Base de Blastospores de *Beauvaria tenella*.** Ann. Zool. Ecol. anim. 1973. n. 5. v. 1. p. 69-79.
- BERA, F; DELTOUR, J; DEROANNE,C. **Mesure de L'importance relative des Phenomenes de Conduction et de Convection dans les Transferts de Chaleur lors de la Sterilisation des Bôites de Conserve.** Lebensm. Wiss. u. Technol. 1987. v. 20. p. 1-7.
- BORZANI, W; URGEL.A.L; AQUARONE,E; **Engenharia Bioquímica.** 1 ed. São Paulo. Ed. Edgard Blücher. 1975. 3 v. 300 p.
- BUNGAY,H.R; TSAO,G.T; HUMPHREY,A.E; **Biochemical Engineering.** In: PERRY, R.H. & GREEN, D.W. **Perry's Chemical Engineers' Handbook.** 6 ed. New York. Ed McGraw-Hill Book Company. 1984. 2336 p. cap. 27. p 1-19.
- CAPALBO, D.M.F. **Desenvolvimento de um Processo de Fermentação Semi-sólida para Obtenção de *Bacillus thuringiensis* Berliner .** Campinas. UNICAMP, 1989. 207 p. Tese. (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Univ. Estadual de Campinas, 1989.

- COUCH, T.L; ROSS, D.A; **Production and Utilization of *Bacillus thuringiensis***. Biotechnology and Bioengineering. 1980. v. 22. p. 1297-1304.
- DE BARJAC,H.; Identification of H-Serotypes. In: BURGESS,H.D; **Microbial Control of Pests and Plant Diseases 1970-1980**. London. Academic Press. 1981. cap. 3 p. 35-43.
- DIETZ, A. Pure Culture Methods for Industrial Microorganisms. In: REHM, H.J. & REED, G. **Biotechnology**. Weinheim. 1981. 8 v. v.1 cap. 6b p. 411-34.
- DULMAGE,H.T; AIZAWA,K; Distribution of *Bacillus thuringiensis* in Nature. In: KURSTAK,E; **Microbial and Viral Pesticides**. New York. Marcel Dekker, Inc. 1982. cap. 3 p. 35-43.
- DULMAGE, T; YOUSSTEN, A.A; SINGER, S; LACEY, L.A. **Guidlines for Production of *Bacillus thuringiensis* H-14 and *Bacillus sphaericus***. UNDP/World Health Organization/WHO Special Programme for Research and Training in Tropical Diseases (TDR). 1990. 58 p.
- EL-GHANNAM, M; SAFWAT, N.M; ALY, M.I; GHANNANM, M.EL; **Capability of *Bacillus thuringiensis* to Live and Propagate in Liquid or Cultured Milk**. Egyptian Journal of Dairy Science. 1988. n. 16 v. 2 p. 285-293.
- FAJARDO NOGUEIRA,D; VESSONI PENNA,T.C; MACHOSHVILLI,A; **Resistência térmica do *Bacillus cereus* em alimentos - Parte I**. XIII Congresso Brasileiro de Ciência e Tecnologia de Alimentos. 1992.
- FARGUE, J; ROBERT,P.H; REISINGER,O. **Formulation des Productions de Masse de L'hyphomycete Entomopathogene *Beauveria* em vue des Applications Phytosanitaires**. Ann. Zool. Ecol anim. 1979. v. 11 cap. 2 p. 247-257.
- FORTES, M; OKOS, M.R. Drying Teories: their bases and limitacions as applied to foods and grains. In: MUNJUNDAR, A.S. **Advances in Drying**. U.S.A. Ed Science Press. 1980. p. 119-150.
- HAYAKAWA, K. **Experimental Formulas for Accurate estimation of transiente Temperature of Food and Their Application to Thermal Process Evaluation**. Food Technology. 1970. v. 24 p. 89-100.
- KEYE,R.B; **Drying, Principles and Practice**. 2 ed. Sidney. Ed Pergamon Press. 1975. 358 p.
- LILEY, P.E; REID, R.C; BUCK,E; Physical and Chemical Data. In: PERRY, R.H. & GREEN, D.W. **Perry's Chemical Engineers' Handbook**. 6 ed. New York. Ed McGraw-Hill Book Company. 1984. 2336 p. cap 3 p. 1-291.

- LOPES FILHO, J.F. **Propriedades Térmicas e Características de Secagem de Batata**. Viçosa. UFV, 1983. 43 p. Tese. (Mestrado em Ciência e Tecnologia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Federal de Viçosa, 1983.
- McADAMS, W. **Heat Transmission**. Mc Graw-Hill Book Company. New York. 1954.
- MORAES, I.O. **Ensaio de Fermentação Submersa para Produção de um Inseticida Bacteriano em Mini-fermentador**. Campinas, UNICAMP. 1976. 76p. 1976. Tese. (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1976.
- MORAES, I.O. **Produção, Separação e Bioensaio da Exotoxina Termoestável de *Bacillus thuringiensis* Obtida por Fermentação Submersa**. Campinas. 1981. Tese (Livre Docencia em Bioengenharia), Universidade Estadual de Campinas, 1981.
- MORAES, I.O; CAPALBO, D.M.F. **Produção de Bactérias Entomopatogênicas**. In: ALVES, S.B. **Controle Microbiano de Insetos**. São Paulo. Ed. Manoele. 1986. 407 p. cap. 16, p. 297-310.
- MORRIS, J.A. **Análise da Taxa de Evaporação de Água de um Secador de Leite de Jorro com Partículas Inertes**. 1990. 106 p. Tese. (Mestrado em Engenharia Química), Universidade Federal de São Carlos, 1990.
- MURR, F.E.X; **Estudo dos fenômenos de secagem de batata (*Solanum tuberosum*, L. cultivar Bintje)**. Campinas. 1992. Tese (Doutorado em Engenharia de Alimentos) - Faculdade de Engenharia de Alimentos, Universidade Estadual de Campinas, 1992.
- MURRELL, W.G; **Microbiology of Canned Foods**. CSIRO Food Research. 1985 n. 45 v. 4 p. 73-89.
- PENDURKAR, S.H; KULKARNI, P.R; **Heat Resistance of *Bacillus* Spores Exposed to Food Processing Conditions**. Nahrung. 1989. n.34 v. 12. p. 177-180.
- PFLUG, I.J; **Microbiology and Engineering of Sterilization Processes**. 7° ed. Minneapolis. Environmental Sterilization Laboratory. 1990.
- PORTER, H.F. et al. **Solids Drying and Gas-Solid Systems**. In: PERRY, R.H, GREEN, D.W. **Perry's Chemical Engineers' Handbook**. 6 ed. New York. Ed. McGraw-Hill Book Company. 1984. 2336 p. cap 20, p. 1-121.

- REY, L. Some basic facts about freeze drying. In: GOLDBLITH, S.A; REY, L; ROTHMAYR, W.W; **Freeze Drying and Advanced Food Technology**. London. Academic Press. 1975. p. xiii-xix. 730 p.
- SINGH, R.P. **Thermal difusivity in food processing**. Food Technology. 1982. n.2 v.36 p. 87-91.
- SOLOMONS, G.L. **Material and Methods in Fermentation**. London. Ed. Academic Press. 1969. 331 p.
- SPAGNOL, N.A; ROCHA, L.L.V; PARK, K.J. **Modelamento Matemático do pré-resfriamento de frutas e hortaliças: uma revisão**. Bol SBCTA, Campinas. 1989. n.23. v. 3/4. p. 192-200.
- STUMBO,C.R; **Thermobacteriology in Foods Processing**. New York. Academic Press. 1973.
- YOKOYA, F; HAYAKAWA, K. **Apostila do Curso de Esterilização de Alimentos**. Fundação Centro Tropical de Pesquisas e Tecnologia de Alimentos. Campinas. [1972?].